Chromachem®

蒸发光散射检测器

操作手册

ESA, Inc。

22 Alpha Road

Chelmsford, MA　01824-4171　U．S．A。

Telephone：　(978) 250-7000

Fax：　(978) 250-7090

www．esainc．com

P/N 70-5873　　　　Rev．　C

AL169.D1.2A

注意事项：

用户在使用 Chromachem®蒸发光散射检测器前，请仔细阅读操作手册。本系统是有条件担保，保证说明在本手册中。在保证期内，用户只有按照手册所述说明进行操作、日常维护才能使担保有效。

本操作手册用来讲解 ESA 公司制造的 Chromachem®蒸发光散射检测器，它提到了仪器安装和操作中涉及到的维护保养及其它一些必要信息。

如果您对本手册有补充意见，可以与我们联系；联系方式：

ESA, Inc。
22 Alpha Road
Chelmsford, MA　01824-4171　U．S．A．

电话：　**(978) 250-7000**
传真：　**(978) 250-7090**

电子邮箱：　**info@esainc．com**　　　公司网站：　**http ：//www．esainc．com**

此手册中的信息如有变化恕不另行通知。ESA 公司保留更改内容且不另行通知的权利。

由于错误操作或不遵从手册而使仪器产生直接或间接损伤，　ESA 公司不承担责任。

版权归 ESA 公司所有，未经同意不得复制或传阅
ESA 和 Chromachem® 是 ESA 公司的注册商标
PEEK 是 Victrex, plc 的注册商标
Kalrez, Mylar 和 Teflon E．I．　DuPont deNemours & Co．　Inc．公司注册商标

保证书

保质期内，ESA 公司保证其生产和售出的每一件产品在正常使用中不会存在材质和工作质量缺陷。保质期从你作为最初购买者收到产品起到如下阶段：ESA 仪器—1 年，cells，检测器和电极—90 天。本担保不包括那些本身就需要不断重复性保养维修的产品部件，其中有保险丝（fuses）、管（tubing）、泵活塞封口（pump piston seals）、喷嘴转体（injector rotors）、检查阀（check valves）、过滤器（filters）及产品相关软件（any software included in any product）等。如果你在保质期内要退回本公司担保的产品部件，请退回最初购买地点。如果 ESA 公司确认了出货时产品在材质和工作质量上有缺陷，本公司将根据情况维修、更换相关部件或退还购买全款。ESA 公司对以下仪器损坏不承担责任：错误操作、疏忽行为或偶然事故引起；经未被 ESA 公司书面授权的公司和个人维修、更换和安装引起的；流动堵塞引起的管配件（cell assembly）损坏等。本公司不会担保使用其它公司生产的控制模块或稳压器配件等（cell assembly）引起的故障。不遵守相关健康和安全规定造成的事故，如 1970 年的职业健康安全法规(OSHA) 和相关补充规定等， ESA 公司不负责任。

收到产品 90 天内，如果你发现 ESA 公司生产和开发的软件有错误或者按照 ESA 公司软件指导说明操作出现错误，ESA 公司会尽最大努力修正这些错误和问题并根据情况更换软件、终止软件使用权退回相关产品费用。对于终止和返款，你需要按照要求立刻把相关产品返回 ESA 公司。此保证只限于 ESA 公司公司开发软件或一些修正程序。它不适用于非 ESA 公司的人员或组织滥用仪器造成的错误或者被非 ESA 公司人员修改过软件。

对于非 ESA 公司制造的仪器，ESA 公司不会做任何一种说明的或暗示的承诺，包括商品兼容具体建议等。但是，相关产品制造商的保证书会遵循你的要求。 ESA 公司对人为性能破坏没有义务。所有仪器置换应交给离岸价格工厂（FOB factory），ESA 公司不承担运费和人工成本。

如果在支付任一产品的价钱或其他必须支付的价钱中未履行，ESA 将终止你与公司的担保，包括服务、维修、调换、修正、错误及其它合同。

此保证书只担保 ESA 产品及其相关软件，不会做任何其他说明的或暗示的承诺，包括商品兼容具体建议等。ESA 公司关于产品和软件缺陷的基本责任做出了这样的说明。ESA 公司不会为操作失败包括故意损坏承担超出产品本身价值的责任，也不会为那些特殊的、偶然的、或相似的损失负责，包括使用损失、利益损失、商业损失和友好关系损失担负责任，即使 ESA 公司已经给出了这些损失的可能性建议。

本担保书接受马萨诸塞州联邦法律的管理、解释和实施。它是不可以转让的并只管理最初购买者的利益。

维修声明

无论产品是否在担保范围内，在未得到 ESA 公司的书面许可不准把维修仪器返回本公司。返回维修之前，你需要写信打电话给本公司服务部门或者联系售货商，在得到一个许可号码（RA）后才能返回。返回仪器要使用原始包装箱，防止在运输过程中损伤。地址：

ESA Incorporated - Service Dept
22 Alpha Road
Chelmsford, MA 01824-4171 U.S.A.
Telephone： (978) 250-7000

安全操作符号

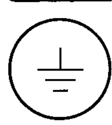
下列符号经常出现在设备上或手册上，其代表含义如下所述：



：表示用户连接电源/接口电缆和操作系统时，应该参考操作手册。



：表示仪器面板或外壳等可能有高电压。应避免带电打开仪器进行维修保养，必须有技术人员进行操作。



：表示接地。



：表示可能有人身伤害的危险。



：表示可能造成仪器损坏或造成结果错误。



：表示着重说明关于检测器及其使用的重要信息。不遵从可能产生无效结果。

安全警告

ESA Chromachem® 是一种高性能液体（HPLC）色谱蒸发光散射检测器。它用来确定样品中的化合物的含量，包括存在生色团。遵守下列注意事项，可以在操作过程中减少人体伤害或仪器性能损害的可能性

使用本系统前应熟悉这些内容

1) 保持实验室通风良好。

很多流动相是一种挥发性有机溶剂。所以应确保实验室通风良好，保证溶剂蒸汽不聚集。

在平稳的表面且温度变化不大的地方安装设备。不要把仪器放在阳光下或靠近热源通风口处。

2) 避免产生火花。

很多流动相是易燃有机物。不要在实验室中使用明火，也不要在实验室中安装产生火花的仪器。

3) 仪器必须连接接地线。

保证整套系统正确接地。推荐整个系统连接统一地线。

使用有机溶剂可能产生静电。这些静电可能导致火灾或爆炸。采取有效措施可以消除静电积累。



不要忽视接地连接，这可能带来严重危险。



不要在同一个电路中连接其他电子仪器，也不要让其他电子仪器靠近 **Chromachem®** 仪器。

4) 仪器的气体和分流口必须正确连接。

供应气体应该清洁、干燥，并有正确的操作。



当仪器使用有机溶剂或易爆溶剂时，只能使用惰性气体如氮，氦。
需要排出的气体应排到适当的废气体收集设备中。



在检测器后面板与排气罩之间未连接排气管的仪器禁止使用。



排出气体应该有一定气压降，否则会造成检测器基线不稳。

废弃的洗脱液应该被收集到容器中，这样可以减少废液蒸汽泄漏到空气中。容器应该足够大防止废液从虹吸管溢出。

5) 仪器内不要积累过量的液体。

在入口气体流入或蒸发温度未稳定到设置值之前，不要打开 HPLC 泵。否则溶剂可能积累在仪器中造成破坏。

停止 HPLC 溶剂流通前，不要停止气体供应，也不要关闭检测器。应至少允许分流 5 分钟。否则溶剂可能积累在仪器中造成破坏。

6) 把所有样品和流动相当作可能含有危险物或能传播疾病看待。

应了解检测器中使用的溶剂和样品的毒性。

样品或流动相中可能含有对操作者有害的物质。采取所有预防措施保证流动相或样品不会接触到皮肤和眼睛。实验室应有水槽和洗眼剂，万一发生事故要用大量清水冲洗并寻求医生帮助。如果你所分析的样品是生物/临床样品，要依据所在协会的传染病控制程序进行处理。

如果发生泄漏，关闭模块电源并立即补救。

塑料排管的排气孔可能含有低浓度的有机溶剂蒸气。

NOTE 遵守相关污水排放程序，不要排到城市污水系统。

7) 移动外罩时确保设备没有连接交流电源。
仪器内部可能存在危险的电流电压。



移走外罩时不要打开仪器，仪器内部光源会产生大量的强光辐射和少量紫外线辐射。万一有紫外线辐射会对人的眼睛和皮肤造成伤害。不要把眼睛暴露到强光束下。

8) 佩戴保护性眼镜。
溶剂和其他化学品对眼镜有害，在尽可能近的地方安装一个水槽，如果溶剂或化学品溅到眼睛或皮肤上，立即冲洗并寻求医生帮助。

9) 使用正规的 HPLC 泵和溶剂传送设备。
用在 Chromachem 中的泵必须有良好保障，要包括压力安全设备的安装和维护，压力检测器也要符合 ISO 4126-1 认证。

10) 一些溶剂中避免使用 PEEK 管。
PEEK 管可抵抗大多数有机溶剂的腐蚀性。硝酸和硫酸可以腐蚀它。同时在高浓度的氯仿、二甲亚砜、四氢呋喃和相似的溶剂中此管会膨胀（或缩小），如果这些溶剂是高浓度的，需要用不锈钢管。

11) 用正规程序操作仪器。
不要用 ESA 未指明的方式使用 Chromachem® 检测器及其附属设备。否则，可能会失去仪器的安全保护。



确定连接到 **Chromachem®**所有辅助设备符合国际电工协会（**IEC**）的规定。

12) 更换保险丝要使用同一型号和级别的。
为了防止起火，更换保险丝只能使用同一型号和标准。

13) 在仪器后面要有足够的空间，保证气体流通。
Chromachem®到后面垂直面之间必须留有至少 15 厘米的空间。

目录

1．绪论

1．1．ELSD 检测历史

以下摘自 "*蒸发光散射检测器*" - *LC and SFC 非挥发通用仪器。*

***L*C-GC International - March 96**, M. Dreux， M. Lafosse，and L. Morin-Allory。

蒸发光散射检测技术是一种检测挥发性小于流动相的溶质的常用技术。近期的工作是要提高这项技术的性能和增加它的功能。

这篇论文主要介绍检测器的三个步骤—雾化、流动相蒸发和溶质检测。同时提到了：低流动相蒸发温度；液体色谱多功能检测和使用平均法（isocratic） 或梯度（gradient）法进行超临界流体提取；大范围线性检测响应。

自从 20 世纪 60 年代早期，高性能液体色谱（HPLC）检测开始以来，就需要一种廉价的多功能检测器。其作用是辅助检测那些不吸收紫外线的溶质，或者用在梯度洗提中灵敏度和基线稳定性非常苛刻的波长上。此外，紫外线吸收与色谱图中峰表示的物质的量（检测未知材料时很有用的视觉特性）没有关联。折射率检测器（refractive index detector (RID)）是一种常用检测器，它有几条局限性：它不能用在梯度色谱法中；易受周围环境影响如温度；比紫外线检测器（UVD）敏感度低很多。另外，RID 能产生很难测定的负峰。UVD 和 RID 都会产生无用的溶剂前锋，它能完全掩盖快速洗提的溶质。

质谱测定法是一种可供选择的方法，但它的高成本和高复杂性对于大多数色谱分析试验是不实际的。

蒸发光散射检测技术正日益用在液体色谱分析（IC）、高液体色谱分析(HPLC)、反流色谱分析和超临界液体色谱分析中。这种技术在最近十年中不断完善设计已经取得了很好效果。当然 ELSD 还不是一种真正的通用检测标准，因为它不能检测高挥发溶质。然而，大多数溶质的挥发性都小于洗脱液，ELSD 已经成为 LC 通用检测器的参考。

1966 年，澳大利亚碳化物协会研究实验室第一次提出了 ELSD。但也许是在现代 HPLC 进程中出现的太早了，直到 1978 年 ELSD 才被人们重视起来。

ELSD 被应用在商业是在 20 世纪 80 年代早期，20 世纪 80 年代中期的第二代 ELSD 使用了激光作为光源。在 1986 年，使用漂移管和雾化室的新型 ELSD 被提出并应用于商业。

2．ELSD 检测器原理

2．1．蒸发光散射检测器原理

ELSD 原理适用所有待测物的挥发性低于流动相的分离，事实上，新一代 ELSD 检测器在操作上提供更低的温度，允许半挥发性被分析物的定量，即使检测器的灵敏度可能较低。不挥发溶质，在分析柱的检测极限可以达到毫微克(ng)水平。

采用 SFC，超临界流体（通常是二氧化碳）在周围环境大气压和温度条件大气中进行减压和膨胀，不像 HPLC，流动相在减压作用下蒸发，形成气流，运载样品以微小颗粒喷雾的形式采用光散射检测。应用于 SFC 的限制和其它形式的液相相同，也就是说，溶剂修饰物必须比被分析物具有更高的挥发性。

图 1 阐明蒸发光散射检测器依次发生的三个主要步骤：

- 色谱洗脱液的雾化
- 色谱流动相的蒸发
- 对含有待测物的剩余颗粒的光散射

每个步骤都具有明确的功能但也会改变，或者是受其它步骤的影响，所有市场上的蒸发光散射检测器都包含以上步骤，但在他们操作方法上会有所不同。

因为 ELSD 易受非线性响应的影响，所以这篇文章的一部分专门谈到检测器的响应和定量。

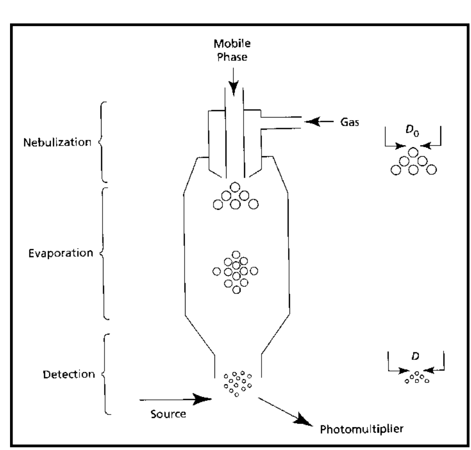


图 1 雾化室

2．1．1．雾化

这个步骤把大量体积的液体流动相转变成细小的液滴，从而溶剂更易于蒸发；较大的液滴，在蒸发步骤中需要更高的温度。剩余溶质颗粒越大，散射光的强度就更大。

在所有商业上的 ELSD，雾化都是用惰性载气通过文丘里管流动，采用载气同轴包装柱洗脱液，使之通过小孔。液滴的大小和均匀性对于检测的灵敏度和重复性非常重要。在一些型号的 ELSD，雾化洗脱液立即进入加热的蒸发管，一般情况下是漂移管，在这里开始进行第二步骤。但是，另一型号的则包含一个雾化室（图 1）它被认为可以在三个方面增强检测器的操作。

可形成一个窄的液滴尺寸分布，最大的液滴通过在室的内壁冷凝，然后直接到废物出口或排出，在这里连续地虹吸冷凝液体。所以，用于蒸发保留的液滴所需要的蒸发温度大大降低。

柱洗脱液直接通过蒸发管的比例变化为，以纯水溶液作为淋洗液的小于 10%，以有机溶剂混合液作为正相色谱洗脱液的为 90-100%。这个比例与原子光谱和连接红外光谱（FTIR）和感应耦合等离子体（ICP）不同检测系统的液相作出的雾化情况非常一致。

雾化过程的温度与漂移管的蒸发温度可以各自进行独立的调节。这使得检测器很容易与 SFC 系统结合，在 SFC 系统流动相的快速减压具有很大的吸热性，通常会造成固态二氧化碳的形成。通过准确的调节雾化室的温度，可以避免由于大的温度波动影响重现性和流动相的沉淀。采用 HPLC，半挥发性分析物的定量检测也可通过降低雾化室的温度来得以增强。相反的，在凝胶渗透色谱（GPC）中，高温度允许采用非常低挥发性的溶剂。雾化室的加入使得检测器的清洁简单化。

2．1．2．蒸发

当载气从雾化室把液滴运送到加热漂移管时，蒸发开始。在加热漂移管溶剂被除去，产生微粒或纯溶质的小滴，为了维持颗粒大小的均匀性，在这个步骤中尽量采用低的温度是相当重要的。此外，低温蒸发增强溶质结晶化，溶质颗粒越大，检测光散射的强度就越大。还有，这已被清楚的证明，相同大小的固体颗粒比液体颗粒对散射光更有效。在高的温度下，太剧烈的溶剂挥发会导致颗粒的大小不均匀，或者抑制结晶的形成，反过来又影响液体散射过程。

在检测中度挥发溶质时，在漂移管中维持低温是一个主要关注点。在高温下，一些化合物会被完全挥发而不能被检测。同样，低温蒸发对检测热敏性化合物也是非常关键的。

图 2 蒸发室

在不同的 ELS 检测器中，漂移管的设计和操作是不一样的。一些型号的检测器，溶剂的蒸发通过采用相当高温的短漂移管和预加热的雾化载气，或者是高导热性载气。但是，低温联合盘绕的曲长漂移管和惰性载气，可以有效的蒸发大多数低挥发性的溶质。例如，40-50℃的温度就足够蒸发流速高至 3ml/min 的纯水溶液。在雾化室里去除较大的液滴，使低比例的洗脱液直接进入散射程序，也可以降低需要的温度。这样，运送液滴的载气温度不会超过 30-35℃。

因此，这也是反相层析的理想方法，因为反相层析需要高比例的水溶液和极性溶剂。适合于用极性硅土，钙离子作为固定相的纯水洗脱液，适合于凝胶渗透色谱，同时也适合于热敏性分析物。

2．1．3 散射光强度的检测

云雾状溶质颗粒从漂移管出来后进入光检测池，在这里溶质穿过光束。被溶质颗粒散射的光的量可以采用光电倍增管或光电二极管加以检测。入射光束可以通过在可见光区内的多色光源，比如简单的卤素灯，或者通过单色光源，比如激光放射二极管产生。激光光源不如多色光源，事实上，激光光束不能检测与激光光源具有相同波长时会发生发色团吸收的分子。

在那些采用多色光源的检测器中，光束通过准直透镜进入光检测池，准直透镜集中光的能量于检测池中间，使检测信号响应最大化。寄生光被在光集合器内的两个光阱除去。此外，惰性载气通过第二个文丘里管，与雾化载气相独立，集中在曲长漂移管的出口。颗粒在进入光检测池时被进行包封，避免在检测池内分散和沉淀在内壁上。第二载气也使颗粒处于检测池的中间，此处光束最集中。这些累积作用极大的增强了检测灵敏度和，消除了清洗检测池表面的需要。在漂移管出口设计文丘里流体的另一个好处是，液滴可以通过真空作用迅速穿过曲长的漂移管，最终用户不用再进行载气的调节和校准

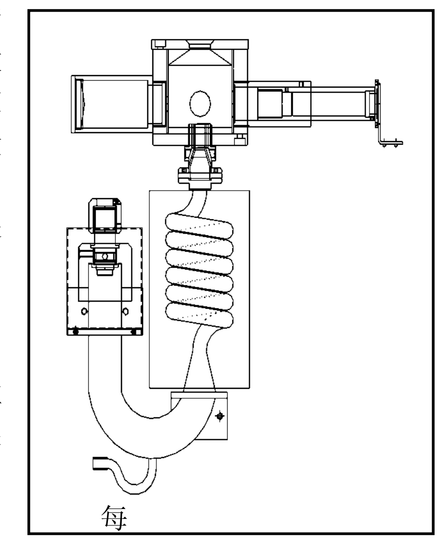


图 3 Chromachem 操作原理

当光射击颗粒时，可能会产生三种类型的光散射作用，Rayleigh, Mie 和折射-反射。具体是哪一种将取决于颗粒的大小。Rayleigh 散线发生于较小的颗粒，也就是说，如果 D/I 比，颗粒的直径 D 和入射光束波长 I，< 0.1 时发生 Rayleigh 散射。如果 0.1< D/I < 1 时，发生 Mie 散射。当 D/I>1 时 ,产生折射-反射。每种类型的光散射根据 D/I 发生并且产生信号强度，Rayleigh 散射，Mie 散射和折射反射的指数分别为 6、4 和 2。信号强度由两个不同的光散射域产生,Rayleigh

和 Mie 或者是 Mie 和折射-反射。主要原因是 D/I 的改变，因为：

- 气雾状液滴大小的变化。主要液滴的直径 D_0 可以采用不同的气雾液体条件在 2-8 范围(factor）内改变。
- 光源的多色性
- 溶质浓度 C 对 D 的改变

  可以表达为：$D=D_0$（c/p）1/3

2．2　Chromachem 操作原理

这部分，我们描述 Chromachem ELSD 检测器的主要组成成分和把它联系到上面文章（1 和 2.1 章节）讨论过的组成情况。

图 3 表示了在 Chromachem 蒸发光散射检测器发生的三个主要过程：

柱洗脱液的雾化；

柱洗脱液的蒸发；

散射光的检测；

下面部分，我们会谈到每个阶段的程序和 Chromachem 如何操作。

2．2．1　柱洗脱液的雾化

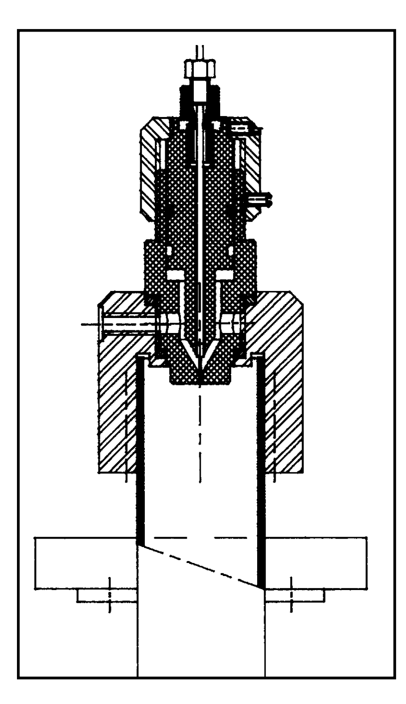


图 4 雾化装置

雾化阶段是蒸发光散射检测器最重要的一个步骤，这个步骤可靠的程度和重现性决定了整个检测的灵敏度和重现性。

为了更容易蒸发，流动相的雾化会把它转变成小的液滴。Chromachem 采用的雾化根据文丘里管原理，它的设计与原子吸收雾化非常类似。

Chromachem 雾化采用氮气或者惰性气体首先雾化从分析柱里出来的洗脱液，第二，作为载气运送液滴从蒸发室到检测池。

在制造厂中，检验和事先调整雾化系统，为检验混合物提供最高的光散射信号。这个程序可以通过调节雾化针的位置来进行。相对于雾化气体进口而言，雾化针是洗脱液到达的地方。一旦调节好，雾化后会产生均匀的微小颗粒。在雾化中大的液滴通过在雾化室壁的冷凝作用被捕获，通过虹吸排出口排除。

2．2．2．流动相的蒸发

当载气把柱洗脱液的微小液滴从雾化室运送到加热区时，这个阶段就开始了。在加热区里，洗脱液被完全蒸发，产生纯溶质的颗粒。在 Chromachem 检测器，加热区是不锈钢的可控温加热漂移管，受加热电阻器调节。加热漂移管的长度和直径已被优化，使之允许在 45℃蒸发流速高达 4ml/min 纯水溶液。先前谈到，低蒸发温度对于保持颗粒大小的均匀性和热敏性溶质完整性非常重要。

2．2．3．散射光的检测

在这个阶段，洗脱液颗粒或液滴从加热漂移管出来进入检测池，散射入射光从光源到达这里。散射光通过光检测器（光电倍增管或光电二极管）加以定量。光检测器产生的电信号与通过检测池的颗粒数量和大小成比例。

在 Chromachem 检测器，通过居中在可见区的多色光源（卤素灯）

产生入射光束。这入射光束集中在光检测池的中间，使光检测器的灵敏度最优化。

光检测器是强大的光电倍增管，与入射光束成 120°。使检测响应信号达到最强。散射光束通过 双层聚光镜集中在光电倍增管的中间。通过与入射光束同轴的光阱来防止入射光进入光电倍增管。

为了预防溶质颗粒的分散和沉淀在光检测池内，在光检测池上面设有二次载气入口，使颗粒集中在检测池的正中，这里是入射光最强的地方。这个设计非常重要，首先能够提高检测的灵敏度，其次能够避免经常需要清洗检测池。

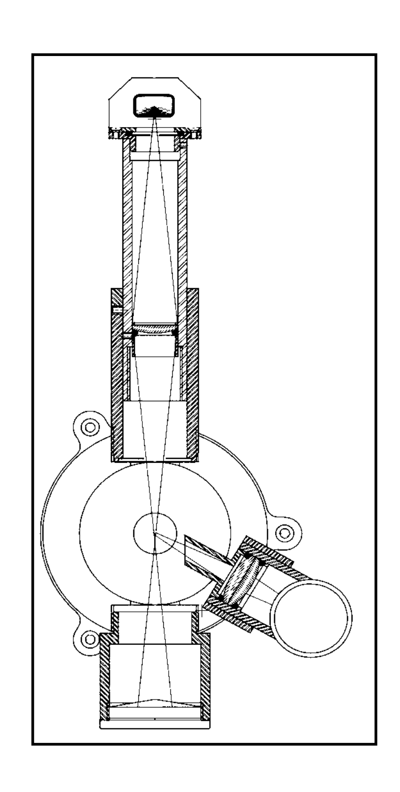


图 5 Chromachem 光检测器

3 安装检测器

3．1．安装

这章主要描述检测器如何安装在实验室中，其中包括一个让仪器正常运行的协议。安装步骤如下：

- 检测器拆箱（3．2 节）
- 确定检测器的安装位置（3．3 节）
- 电源要求（3．4 节）和在软件中设置电源（3．4．3 节）
- 气体连接（3．5 节）
- 分流连接（3．6 节）
- 色谱柱连接（3．7 节）
- 数模接口连接（3．8 节）
- 输入输出量接点闭合连接（3．9 节）
- RS232 远控（3．10 节）
- 初始启动和配置（3．11 节）

检测器正常方式工作后，该运行方式会被包含在本章所描述的 HPLC 系统中。

3．2．检测器拆箱

小心检查运送的纸板箱和所有部件，如果纸板箱和部件有损伤，立刻联系运货代理商和 ESA（或它的代理）。Chromachem®是装在一个纸板箱中，其中还有检测器单元和标准附件。



警告：如果 Chromachem® 在运输过程中就造成了有明显的的损伤，请不要给仪器通电。联系 ESA [(800) 275-0102]或者仪器代理商。

小心打开包装检查配件，确保收到所有配件。*消费者存货校验表* 上列出了所有标准部件和它的单元。 如果部件有缺损，联系 ESA 公司客户服务部并指出校验表上的缺少部件。纸板箱应该保留，装运时用它来运输这些器械。

3．3．确定检测器的安装位置

检测器应该被放在一个平稳的表面，安装区应远离空气流通和大的气温变化的地方。避免把检测器放在通风口、窗户、烤箱等附近。

检测器及相关 HPLC 系统的应被放在一个结实的、水平实验长椅或桌子上，这样能为所有配件提供足够的工作空间。



注意：检测器的位置应使色谱柱出口和检测器入口间的距离最小。这将减少色谱柱带增宽的影响和优化色谱分析结果。



警告：在开启仪器前，请阅读第 4 章的操作提示



警告：不要阻碍仪器后面板尤其是风扇。 Chromachem® 仪器和其后的垂直面保持至少 15 厘米。

3．4．电源要求

3．4．1．电源安全提示

移动可能带有危险电压的仪器面板前，要切断仪器电源。仪器只能被有资格的工程师打开。

 **警告：不要在仪器外盖或光通道门（在器械的后面）被移开的情况下使用仪器。因为某些区域存在危险高电压。**

按照手册相关说明，用相同型号保险丝替换损坏的保险丝。仪器要正确接地，因为静电荷可能引起流动相燃烧。

在美国或其他使用 120 伏工作电压的地方，我们提供了一根三相电缆。其一头是连接检测器单元后面的电源插口，一头连接电源输出。在使用 220 伏工作电压的地方，我们也提供了一根三相电缆，其一头是连接检测器单元后面的电源插口，一头连接当地标准电源输出，其中的三色线符合 ISO 和 VDE 规定：

接地线	黄绿花线
零线	蓝
火线	褐色

警告：电插头应被有资格的电工安装并且要使用合格插头（如，CE, TUV）。

 **警告：Chromachem® 检测器使用接地三相电源。此单元必须正确连接到接地三相电源上，以保证安全和正确的操作， 如果有什么疑问应联系有资格的电工保证电源连接正确。**

仪器的电源供应在 110 伏和 240 伏之间 (50 / 60 Hz)。 [+/-10%]

 **注意：Chromachem® 检测器电压供应范围在 110v ~ 240v(+/- 10%) / 50Hz-60Hz 之间仪器才能正常工作，一定要保证电压在此范围。**

仪器功率近似为 350 VA。

检测器使用的电线应该和系统其他配件(如计算机、记录仪、HPLC 系统控制器、泵、自动取样器等)有共同的接地线。这将避免“接地环”产生的不稳定影响（如变化的背景、高噪音等）。如有必要，可以把地线接到同一根线上。

尽管检测器包含一个内置线性过滤器以减少输入电压冲突，但是不主张连接到同一个电源电路上。特别是那些大功率设备或电力震荡系统（如离心分离机、烤箱、电冰箱和通风厨）。另外，可以使用震荡干扰抑制器或不间断电源供应（ups）。为个人电脑设计的震荡干扰抑制器或不间断电源供应（ups）就很合适。

 **警告：Chromachem® 检测器的电源供应线包含铁氧体以保证电磁特性。必须使用此电源线以确保安全和正确操作。**

3．4．2．主电源连接

供应电源在 100v~264 AC(50~60Hz)范围内仪器可以自动调整，超出了这个范围，仪器就不能调整到合适的操作电压。



图 6：电源连接器



图 7：保险丝位置

主电源连接插槽位于 Chromachem® 后面板上，包括 2 个电源保险丝 (~T3.15A) 。维修时要确认主电源线没有连接到电源上。为确保安全一定要使主电源连接接地线。

3．4．3．软件中的电源设置

在设置（set up）模式中,主电源设置项要设定正确的值（115v 或 230v）。这样是为了优化蒸发和雾化加热器控制环，使它们工作更加有效。



注意：不正确的设置将损害 Chromachem® 检测器。如果主电源设置太高会花很长时间才能达到合适温度值，如果太低就会很容易超出合适温度。

要设置合适的电源电压参考 4．4．5 “设置模式（Set Up Mode）”部分。

3．4．4．检查和更换保险丝

主电源上有两个保险丝（5x20mm）。其规格为：

- o 电压 100 到 240 伏：参数值为 T 3.15 A 250V

检查和更换保险丝是要遵守下列程序：

- o 断开 Chromachem® 电源连接。
- o 用一字螺丝刀拆下电源连接器插座上的电源供应保护门(见图 6 和图 7)。
- o 取出坏掉的保险丝。
- o 检查好规格后插好新保险丝。
- o 装上电源供应保护门。
- o 接通电源线。

一个保险丝烧断之后，可能会导致仪器内部其他电路损坏。在更换之前，检查仪器是否有损坏，如果有请联系产品维修处。更换好后，如果还有问题联系产品维修处。

３．５．气体连接

３．５．１．一般气体供应输入连接

位于仪器后面板的气体入口连接器的内直径为 1/4" 。它可以连接气体调整器、一般气体供应器或气体生成仪器的。这种 1/4"的聚四氟乙烯（PTFE）管包含在附件包内。

注意：推荐使用 70-6003 ESA 氮气生成器，更多信息联系代理商。

对于大多数情况，输入气压在 1.2 到 2 bars 之间可以取得最优性能（气流<4L/min max.）。在仪器中运行新建方法时，推荐气压是 1.5 Bar。为了获得更好的稳定性，仪器的气压变化最好在+/-0.05 bar 之内，大的压力变化会影响测量结果的稳定性。

为安全起见，当仪器使用有机溶剂时操作气体必须使用惰性气体如氦或氮气。如果混入氧气或压缩空气可能会引起爆炸。

气体必须是干燥的、干净的，没有微粒。强烈建议用户在气体供应和检测器之间安装气体过滤器。如：

- o WHATMAN,
- o MILLIPORE XX 40 025 00。

未过滤的气体可能产生大的基线噪音(见８．３ ： “溶剂质量”部分)。

３．５．２．气阀关闭、连接

Chromachem® 气体入口安装了一个电控气阀（可通过微处理器远程控制），它可以自动开关控制气体供应。当未测量时或检测器第一次打开时气阀是闭合的，这样可以在检测器不用时防止气流进入检测器。要打开气阀，需要用户：

- o 进入“运行模式（Run Mode）” -- 仪器每次进入操作模式（“run”），气阀会自动打开。

o 或者

- o 按“气阀开关（GV OPEN）”键 -- 仪器检测到气流中断时此键会出现，重新恢复气流供应后，必须按此键重新进行操作。

o 或者

- o 进入“预检模式（Service Mode）” -- 在菜单中选择“打开气阀（Open Gas Valve）”。



气流供应受气阀控制，气阀通常是关闭的。仪器未操作时，气流自动闭合以减少气体消耗。



当仪器未通气体时，不要让色谱流动相泵工作。仪器处于“运行”的模式，才能打开色谱泵（见３．11 和６．０节）。

３．５．３．气体出口连接

经过光学检测室后，需要从仪器中排出的气体（包括载气，洗脱液蒸气和溶解微粒）要经过排气口排出。排气口位于仪器后面板上，它需要通过塑料排管（直径 20mm）连接一个通风橱或其他排气设备。塑料排管见附件包。

塑料排管中的气体可能含有低浓度的有机溶剂，为安全起见要确保塑料排管正确排气。



排气要有一定气压降，不能是真空或负气压降。 真空会造成光学检测室气压降低使仪器稳定性紊乱。

3．6．分流连接

如 2．2 节“色析法的雾化效果”中提到的，为了消除大的液滴 Chromachem®使用了一个虹吸管。必须把虹吸管连接到收集冷凝液的废汽容器。



和仪器前面虹吸管相连的管道系统和废汽容器必须低于仪器前面的废物出口，否则性能会受影响。



当使用纯净水作为色析洗脱液时，几乎 **95%**的洗脱液被冷凝流出虹吸管，若使用 **100%**的有机溶剂，如甲醇、乙腈或氯仿，很少或不能观测到冷凝液流出。

3．7．色谱柱连接

为了减少带宽的影响，需要让分析柱的输出尽可能接近仪器的输入。应尽量缩短色谱柱到仪器的“1/16"管。建议在分析柱和检测器之间安装内置过滤器（附件包内），把过滤器固定好并连接到色谱系统上。附件包内的过滤器在选择上没有好坏之分。

分析柱和检测器的连接管，我们推荐：

- o 对于色谱分析：0.254 mm（0.010 inch）的内口直径不锈钢管。
- o 对于小流量色谱：0.127 mm（0.005 inch）的内口直径不锈钢管。

3．8．数模接口连接

仪器后面板的 BNC 提供模拟输出信号。BNC 信号线随机赠送（附件包内）。输出信号是在 0~1 伏之间变化的模拟电压信号。

3．9．输入/输出接点闭合连接

接点闭合连接器 (9 针 D 型) 可用于同步辅助事件中，它位于在仪器的后面板上。此连接器包括 3 个输入信号对(“外部泵的失败”、“自动零点”和“运行”命令)和一个输出信号对(“准备”)。这些辅助事件可以被两个相应的插脚(下表所示)控制。附件包提供了专用电缆(PN： 70-5879)。

插脚(pin)功能：

- ❑ Pin 1 ： 运行（Run） Pin 2 ： 自动零点（Auto zero）
- ❑ Pin 3 ： 外部泵失败（Ext．Pump Fail） Pin 4 ： 辅助准备（Aux．Ready）
- ❑ Pin 5 ： 闲置（Not used） Pin 6 ： 运行（Run）
- ❑ Pin 7 ： 自动零点（Auto zero） Pin 8 ： 外部泵失败（Ext．Pump Fail）

Pin 9 ： 辅助准备（Aux．Ready）



当仪器处于 **RS232** 遥控操作模式下时，所有接点闭合输入都是无效的，只有使用 **RS232** 通信才能同步触发。

3．9．1．外部泵失败接点闭合

当外部 HPLC 模块在 pin #3 和 pin #8 设置了接点闭合，就可以使用此辅助连接关闭内部气阀。此项措施好处是，当整夜操作完成后或者设备失败可以减少气体浪费。在辅助电缆上，两根线已贴标签“3”和“8”。

3．9．2．辅助自动零点接点闭合

此辅助事件是进行基线的自动零点校正，接点闭合插脚是 pin #2 和 pin #7。在开始新测试之前，控制 HPLC 单元使用触发输入端口产生一个自动零点。

在辅助电缆上，两根线已贴标签“2”和“7”。



触发自动零点事件可使用模拟接点闭合连接器或通过 RS232C 接口发送一个“Auto zero”命令。

自动零点处理大约需要 5 秒种来完成。

3．9．3．辅助运行接点闭合

在 pin #1 和 pin #6 上产生接点闭合将自动运行“RUN MODE” 窗口中选择的方法。在通常安装中，自动进样器在每次注射后使用此连接开始测量。

在辅助电缆上，两根线已贴标签“1”和“6”。



当测量（一种方法）进行时，触发接点闭合会自动中断测量。中断后另一个接点闭合会使方法重新开始运行。

3．9．4．辅助准备接点闭合

当下面事件发生时，Chromachem® 检测器会在 pin #4 和 pin #9 之间产生一个接点闭合，表示仪器 “not Ready”。

- 操作者改变仪器参数时（如改变了温度设置），会出现“not Ready”提示直到仪器重新稳定。
- 当压力低于 0.3 bars 超过 3 分钟时。[“Ext Gas Fail”信息也会出现在仪器显示屏上]
- 当有一个内部温度高于设置值 2°C 超过 30 分钟。 [“Neb Temp Fail” 或者 “Evap Temp Fail”的提示信息会出现在显示屏上]

当检测器跑出了它的参数设置范围，此辅助事件是很有用的。它可以连接到数据站、自动取样器、泵、或者其他设备，在错误发生时中断测量，这可以节省样品和流动相，避免浪费。

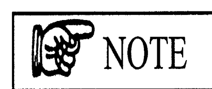
在辅助电缆上，两根线已贴标签“4”和“9”。

3．10．RS 232C 远程控制连接

外部计算机或工作站可以通过仪器后面板的 RS232C 连接器控制 Chromachem® 仪器。RS232C 的连接要通过 Sub D (9 针) 连接器。 标准 RS232C 线(1.5m) (PN：70-5895) 见附件包。

RS232C 的标准设置参数是：

- 19,200 Baud
- 8 Data Bits
- 1 Stop Bit
- No Parity



RS232C 线连接好后，外部控制器通过 **RS232C** 发送一个“遥控启动“命令。**Chromachem®** 进入“遥控模式（**Remote Control Mode**）”，仪器前的键区会失去作用。要想恢复键区操作， **RS232C** 控制器必须退出遥控模式[发送一个« 遥控终止（**Remote Stop**） » 命令]。



使用 Chromachem® 仪器提供的 RS232 线，线上标有 Chromachem® 的一端接到仪器后面板的 RS232C 连接器。

3．11．仪器开启和设置

按照 3.1~3.10 部分所述在实验室安装好仪器后，建议：

1. 阅读理解手册中需要特别注意的内容：
   - 第 1 章 ELSD 检测历史
   - 第 2 章 ELSD 检测原理
   - 第 4 章 Chromachem ELSD 检测器操作
   - 第 5 章 开启仪器
   - 第 6 章 关闭程序
   - 第 7 章 检测器响应和定量分析
   - 第 8 章 ELSD 的实用建议
   - 第 9 章 清洁
2. 第一次使用仪器要参照手册中 5．1 部分开启和设置仪器，进入设置（setup）模式确保仪器设置是正确的。
3. 参考第 4 章，你可以创建一个方法存到仪器的存储器上，仪器只能存储九种方法（见 4．4 部分«存储方法»）；也可以用手动模式设置方法(见 4．6 部分)。
4. 使仪器处于运行模式（RUN Mode），见 4．4 部分。
5. 打开外部气体供应并设置气压，确保正确的气压值显示在仪器的显示屏上。
6. Chromachem 设置趋于稳定后，“准备”状态« READY »会出现在显示屏上。
7. 开启泵和流动相。
8. 运行方法
9. 完成后，参照 6．2 部分关闭检测器程序

4　操作 Chromachem® ELSD 检测器

4．1．操作提示

主电源电压供应范围为 100V~240V（50/60HZ）。如果交流电压在此范围内，仪器就不需要添加额外调节器。



检查仪器后面板上电源供给标签，确保实验室交流电压在仪器的允许电压范围内。

为了保证运行最优和操作安全，主电源供应必须正确接地。有机溶剂因为与压缩空气或氧气混合可能产生爆炸，所以操作气体必须是惰性气体，例如氦或氮（见３．５．１和８．２部分）。

操作气体不进行适当过滤，可能会影响仪器稳定性，引起基线噪音或干扰峰刺（见第３．５．１和８．２节）。

仪器后面板塑料排管排出的气体，可能包含低浓度的有机溶剂蒸汽。为安全起见，有必要把该塑料分流管连接到通风罩或其它蒸汽处理装置。



通风气压应该非真空或非负气压，真空会使光学室气压降低造成仪器稳定性紊乱。

4．2．流连接

如２．２．１“Nebulization of the Chromatographic Effluent”部分所述，为了除去被压缩的最大液滴，Chromachem® 在仪器前使用了虹吸管。虹吸管连到容器中去收集多余的冷凝液。



连接在仪器前的分流系统和废液收集容器必须低于不锈钢排管。否则，仪器性能可能受影响。



当使用纯净水作为色析法的洗提液时，几乎有 95%的洗提液冷凝并流出虹吸管。如果使用 100%的有机溶剂，例如甲醇、乙腈或氯仿，很少或没有冷凝液流出。

虹吸管总是含有大量的溶剂，为保证虹吸管正常工作必须保证分流畅通。

ELSD 检测要求洗提液无微小颗粒（参阅第８．３节）。HLPC 等级溶剂不必完全满足此要求。在操作前必须过滤溶剂。推荐使用 0.2μm 过滤器。

某些溶剂条件下一些类型的色谱柱可能出现水解不稳定性（参阅第 ８．４ 节）。这种不稳定性会引起基线噪音不稳定性。

一些溶剂的改性剂不与 ELSD 检测兼容，会引起基线不稳定或基线噪音（参阅第８．５节）。

4．3．功能和控制

4．3．1 前面板和键区



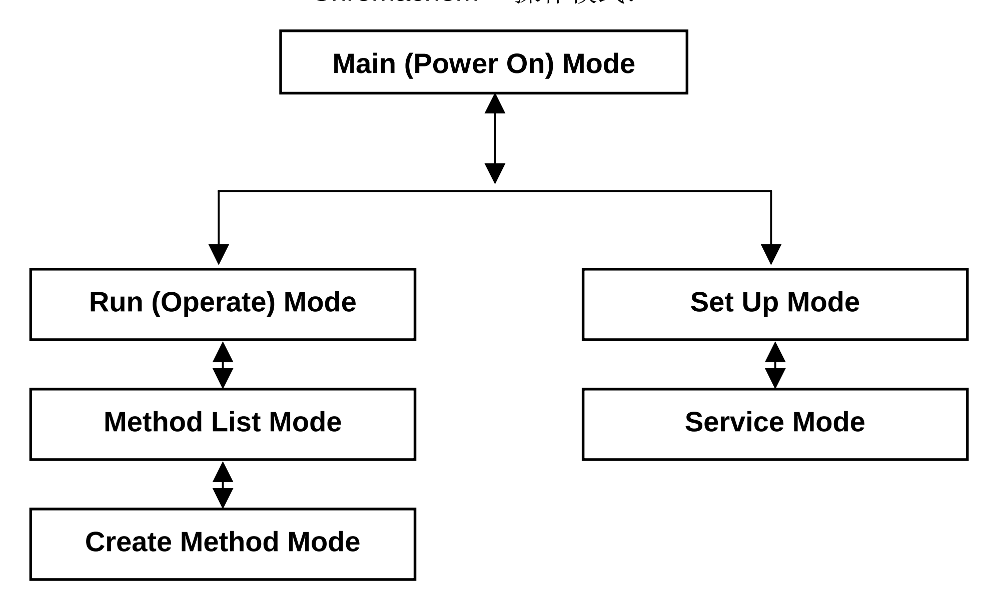
4．3．2．后面板



4．4．软件

软件由六个操作模式组成，每一种模式都有自己的操作界面。连接顺序如下：

Chromachem® 操作模式：



使用显示屏下的三个按键可以从一个模式切换到另一个模式。除“SERVICE”模式需要密码外，进入其他模式均无限制。

CAUTION 只有受过训练的、有资格的维护技师可使用预检模式。

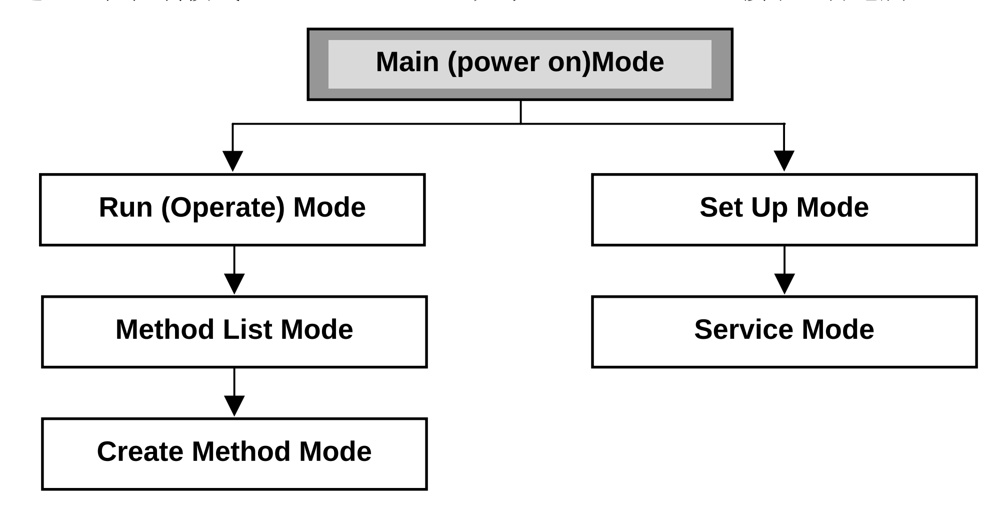


当打开仪器电源后，气体阀保持闭合，只有当仪器在“**RUN**”（操作）模式时，气体阀才被打开。气阀也可由一名有资格的维护技师在预检模式手动打开。（参阅第**3．5．2**节）

4．4．1．主 (Power On) 模式：Main Mode

仪器打开时会自动进入“MAIN”（**Power On**）模式。此操作模式下，气体阀通常关闭（为了保存气体）。雾化和蒸发温度加热器被关闭（保存电源），仪器在测试诊断后就完成了它的打开过程。这时用户可以：

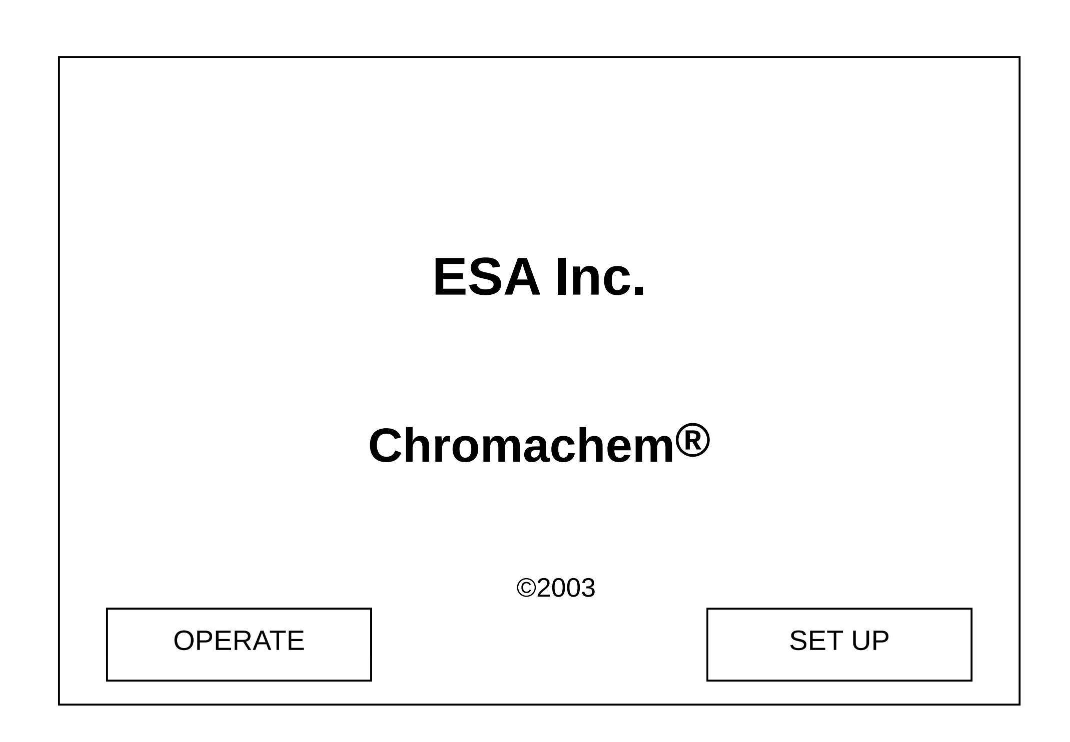
- 创建一个方法
- 选择和运行 (进入操作)一个方法
- 进入预检模式
- 进入设置模式改变仪器配置
- 进入远程控制模式（Remote Mode，如果通过 RS 232C 连接了一台电脑）。





第一次使用仪器时，在运行测量方法前应当进入设置模式并且根据实验室状况设置仪器。仪器会“记忆”所有先前设置参数甚至电源被切断（见**4．4．5**节）。

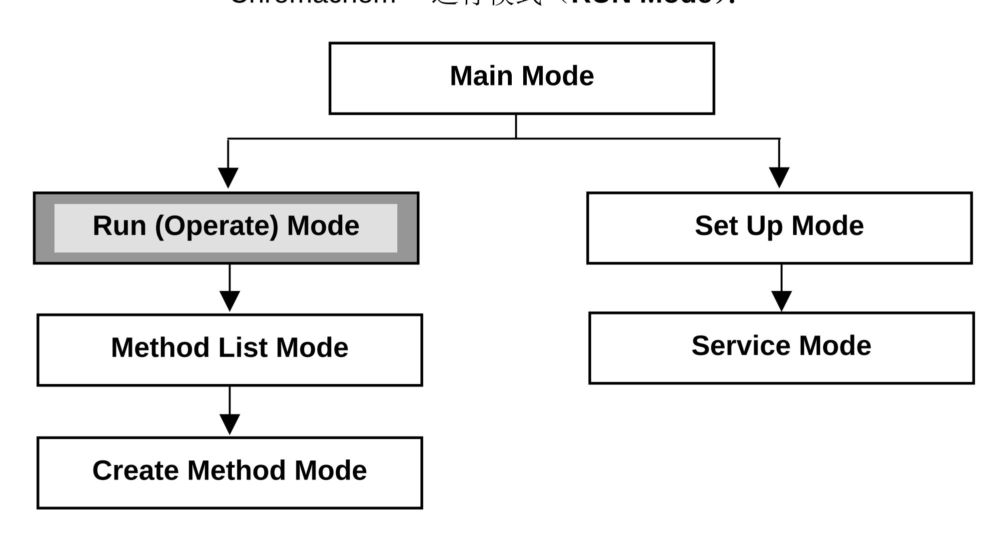
Chromachem® 主模式界面：



4．4．2．运行模式 **Run Mode**

测量时，仪器要处于运行模式（“RUN” Mode）

Chromachem® 运行模式（**RUN Mode**）：

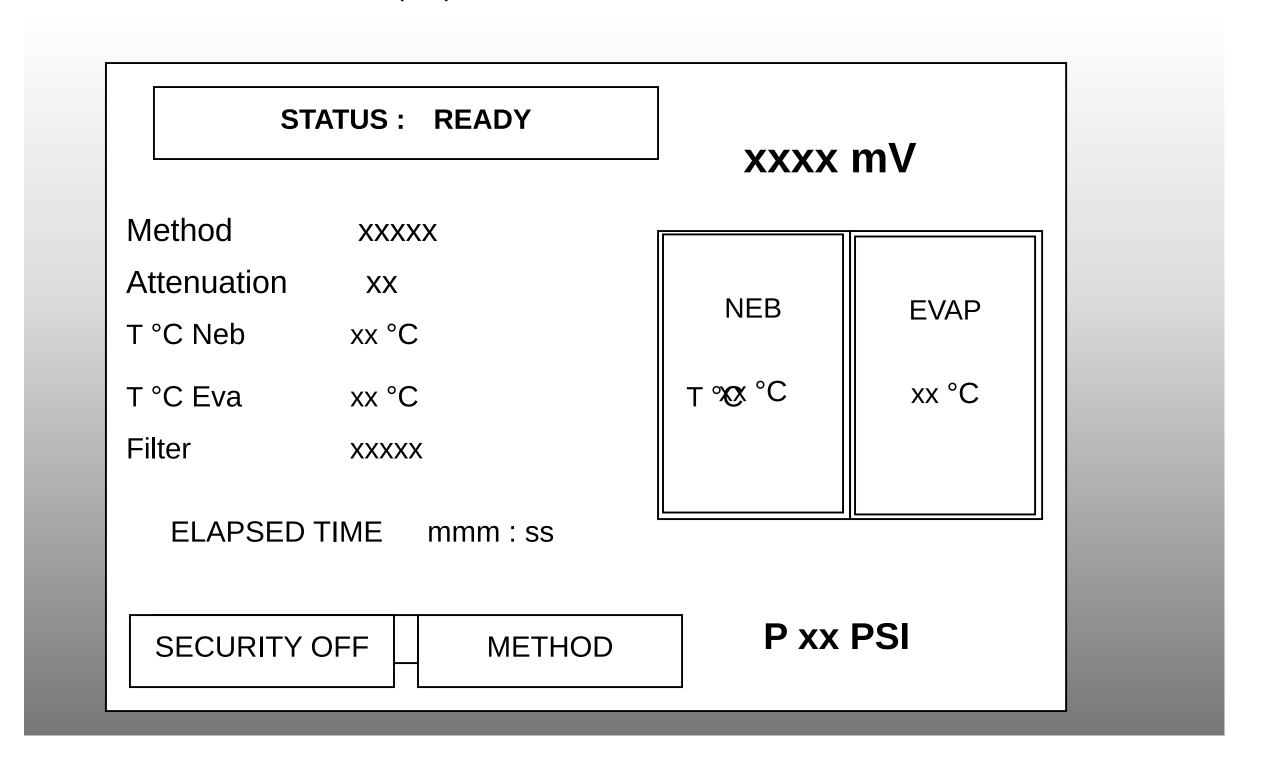


不管仪器被设定为手动操作模式、远程控制 RS232 操作、还是运行程序方法，“RUN”模式总是可见的。

运行模式的显示界面分成 4 部分(如下) ：

- 状态（Status）显示：　(显示“READY”, “NOT READY”，也会显示错误信息)
- 标准参数：　[输出信号值（output signal value）, T_{Neb} value、 T_{Evap} 值和气压],
- 程序编写参数：　[方法（method）,衰减（attenuation）, T_{Neb} 设置, T_{Evap} 设置, 信号过滤]
- 2 个键(security off / on, method)。

Chromachem® 运行(run)界面：





雾化温度和蒸发温度的设置（程序）值和真实值都会显示在“**RUN**”模式屏幕上。它便于使用者检查仪器是否处于希望的操作条件下，仪器是否准备就绪。



当 **STATUS** 显示器在屏幕上显示：“**READY**”时，测量才能开始。

相关模式：

- 更多的 STAUS 显示信息和可能产生错误的原因，参考 4．5 部分。
- 创建一个新的方法或编辑现有的方法，参考“METHOD”模式（第 4．4．3 节）和“CREATE METHOD”模式（第 4．4．4 节）。
- 上锁/解锁 ，设置“Security”（密码）保护（“SEC．ON or OFF”），请查阅第 11 章

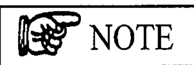
在“Direct”（手动）运行模式中，用户可对参数作如下调整：

参数	允许值	内容
METHOD ATTENUATION T°C Neb T°C Evap FILTER	无值（*）或 0~9 1~9 20~70°C 20~150°C 低/中/高	无值 ➔ 手动模式 或 0~9 可存储十种方法 衰减 “9” ➔ 1 (unity gain) 衰减 “1” ➔ 1/256 (min gain) 从键盘输入真值 从键盘输入真值 在键盘选择

选择合适参数值，按“ENTER”存储。

远程状态指示器：

远程状态指示器显示仪器是在 Stand Alone（“Direct”）模式下由键区控制；还是处于远程控制（“REMOTE”）模式下由外部计算机或仪器控制。

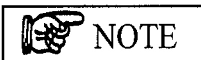


在远程控制模式，仪器为受控状态，键区不起作用。

用键区改变仪器设置值：

在“Direct”运行（操作）模式内，按键区上的“ENTER”键来选择不同参数。通常被选中的参数值（区域）将在屏幕被加亮。

输入或修改选项值，可以直接输入一个期望值，也可以使用键区上的“SCROLL UP and DOWN”箭头键输入。改变一个数值后，按下“ENTER”键，新值将被激活，并且加亮的指针将被移动到列表的下一个编辑项。



如果修改参数值后未能按 ENTER 键，那么旧的数值将继续被仪器使用。

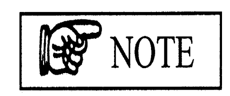
“KEYPAD LOCK / UNLOCK”（安全模式）和创建/选择“METHOD LIST”模式都能通过点击相应的软键从运行模式进入。

按“ESCAPE”键,推出“RUN”模式。仪器将显示：

退出运行模式（**run**）显示屏：



通过点击相应“Yes”或“No”键选择“Yes”或“No”。

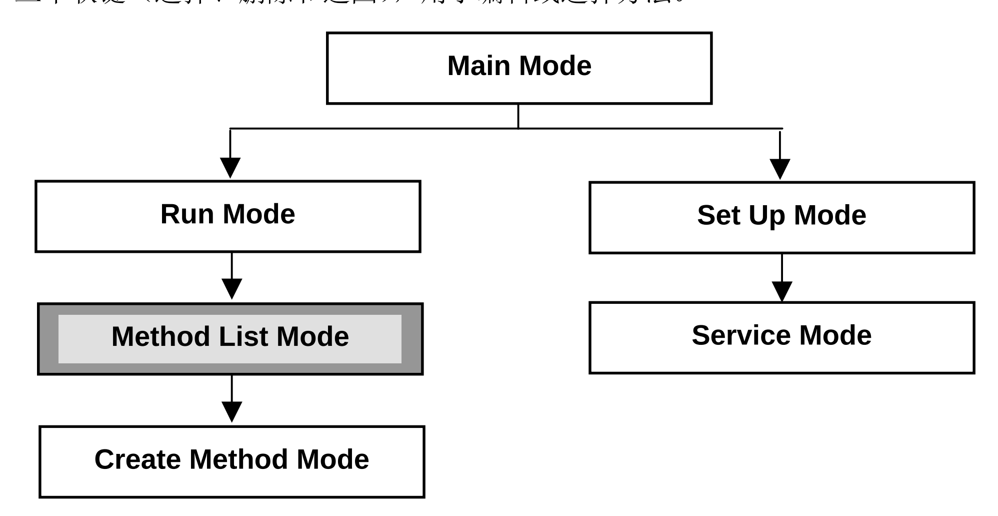


选择 **YES**，将退出“**RUN**”模式，并且仪器自动停止数据采集进程，关闭 T_{Neb} 和 T_{Evap} 加热器，关闭气体阀。

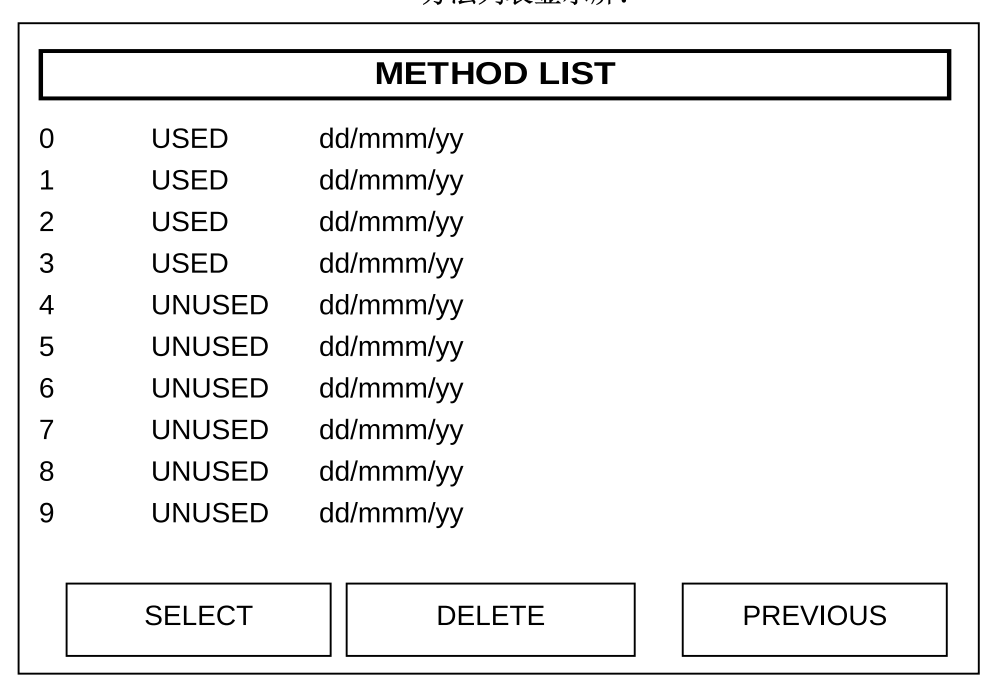
4．4．3　方法列表模式

“METHOD LIST”模式可以通过按下“RUN”模式中的“METHOD LIST”键进入。该模式允许使用者从先前定义的方法中选择一个方法，也可以创建或修改一个方法。处于此模式时，下列信息将在屏幕上显示：

- 有 10 个可用的方法列表，序号由 0 到 9。
- 每一个方法中的 “UNUSED”， 或 “USED” 信息 ：
- UNUSED 表示没有在此项创建和存储方法。
- USED 表示此项已经创建和存储了方法。
- 每个方法修正的最后日期
- 三个软键（选择、删除和返回），用于编辑或选择方法。



方法列表显示屏：



按“ENTER”键可在方法间移动，每一次按下“ENTER”键，列表上的下一个方法将被加亮，然后可以编辑所选方法。

在“METHOD LIST”模式中，下列选项可经由软键获得：

- 按下“SELECT”软键，选择当前加亮的方法。
- 向上移动，按“PREVIOUS”键。
- 当一个先前定义的方法被选中时，按“DELETE”将删除此方法的所有信息（“USED”）。然后下列显示屏将出现：

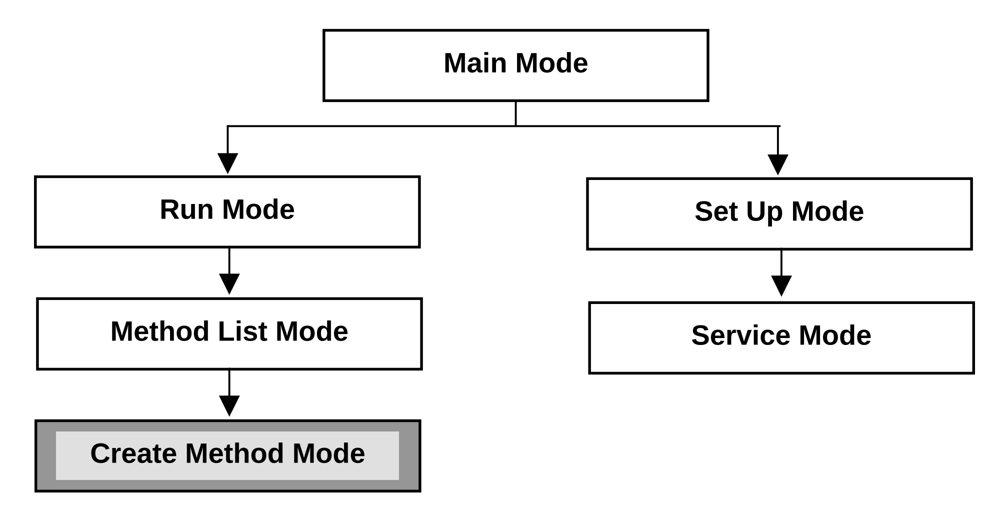
方法删除显示屏 ：



按下“YES”键，所有包含在被选方法中的信息将被抹去，方法将变为“UNUSED”。从“METHOD LIST”模式退出，请按“ESCAPE”键。

4．4．4．创建方法（CREATE METHOD）

选中一个“UNUSED”或者“USED”方法，按“SELECT”键将进入“CREATE METHOD”模式。该模式允许使用者创建一个新方法或修改一个现有方法。



此模式显示如下信息：

- o 在标题中，显示方法编号和数据修正的最近日期。
- o 当前方法中的（或默认的）T_{Neb} 和 T_{Evap} 的值。
- o 事件时序，包括期望事件列表、数值和激活次数。

创建方法显示屏 ：

METHOD 3		dd/mmm/yy
TIME	EVENT	VALUE
	T Neb	40°C
	T Evap	60°C
000 : 01	**AUTOZERO**	
000 : 02	ATTENUATION	3
000 : 03	FILTER	LOW
030 : 04	GAS VALVE	CLOSE
INSERT	DELETE	PREVIOUS

在“CREATE METHOD”模式中，会显示方法的时序事件列表。

对于新的(“UNUSED”)方法，其列表由 T_{Neb}、T_{Evap} 和在 T = 000 时的第一个同步事件组成。对于现有的(“USED”)方法，列表中包含很多创建好事件。

当启动“CREATE METHOD”模式时，列表上的第一个条目将被加亮。每按一下“SCROLL DOWN”键，在列表中下一个事件将被加亮。每次按下“SCROLL UP”键，在列表中上一个事件将被突出。按下“DELETE”键将把加亮事件从列表中删除。按“INSERT”，在加亮事件前增加（插入）一个新事件。

在加亮的同一行内移动，使用“ENTER”键。每按一下“ENTER”键本行内的下一个可编辑部分就会变亮，此时可输入或修正该值。使用 SCROLL UP / SCROLL DOWN 键可增加/删减数值，或者从键区上输入期望的数值。

在输入或修改一个数值后，“ENTER”键必须被再按一下，为得是在仪器中存入一新值，并移动到下一个编辑区域。

每个方法开始均带有 T_{Neb} 和 T_{Evap} 的初始设置值，还包含一个“EVENTS”事件列表。允许值如下所示：

T_{Neb} and T_{Evap} 值 ：

- o T_{Neb} 和 T_{Evap} 的温度必须输入方法列表，并在方法时序内被使用。
- o T_{Neb} 温度设定的允许值：从 20°C 到 70°C。
- o T_{Evap} 温度设定的允许值：从 20°C 到 70°C。

时序事件：

对于每一个方法的时序事件都需要与它的特定时间(每个事件有不同的时间)和特定值相一致；与每一个事件动作相一致。方法中六个可编程时序事件的允许数值是：

- “衰减（ATTENUATION）” 9 (➔unity gain) ~ 1 (➔1/256 gain),
- “过滤器（FILTER）” 高、中、低（high, medium, low）
- “气阀（GAS VALVE）” 关闭, (运行方法可以自动打开)
- “气体辅助（GAS AUX）” 或 “运行（RUN）” on / off,
- “自动置零（AUTOZERO）” 初始顺序 – 无参数
- “运行（RUN）” 运行/停止

允许时间：

所有事件时间必须是连续的时序。

时间值范围从 0 分钟到 999 分钟。

按下“ENTER”，在存储器中存储新值，完成该时序事件数据输入。按 SCROLL UP / DOWN 选择另一个时序进行编辑。



为方便操作，当在一个方法中输入 T_{Neb} 和 T_{Evap} 值后，其它 UNUSED 方法将默认此输入值。

对于喷雾器和蒸发器单元来说，允许温度设置是：

- 对于 T_{Neb} ：从 20°C 到 70°C。
- 对于 T_{Evap} ：从 20°C 到 150°C。

创建方法模式（**CREATE METHODS Mode**）中的参数：

方法中每一个事件都需要与它的特定时间（不同事件有不同时间）相一致，和编程变化值、编写时间内的其他动作相关联。六个参数相结合可创建一个方法。它们的允许值如下所示。

下列显示参数可被进行如下调整：

参数	允许值	内容
自动置零（AUTOZERO）	无值	
衰减（ATTENUATION）	1~9	Attenuation “9” ➔ 1 (unity gain) Attenuation “9” ➔ 1 / 256
过滤（FILTER）	高、中、低	高、中、低过滤
气阀（GAS VALVE）	关闭	Close the Gas Valve
气体辅助（GAS AUX）	ON / OFF	
运行（RUN）	STOP / RESTART	“RESTART” ： 重新开始方法 “STOP” ： 停止方法

在“Create Method”模式中，按“ENTER”键可以在参数间转换。

当前所选参数会被加亮。

参数的输入或修正，可以直接输入数值或使用“SCROLL UP and DOWN”键输入。

改变一个数值后，按下“ENTER”键新值将被存储，并且加亮的指针将移动到列表中下一个编辑项。

相关键 ：

在“CREATE METHOD”模式中可用键如下：

- “INSERT” ： 在事件列表中的两个事件间插入事件。
- “DELETE” ：从时间时序列表中删除事件。
- “PREVIOUS”：将指针指向前面的事件。



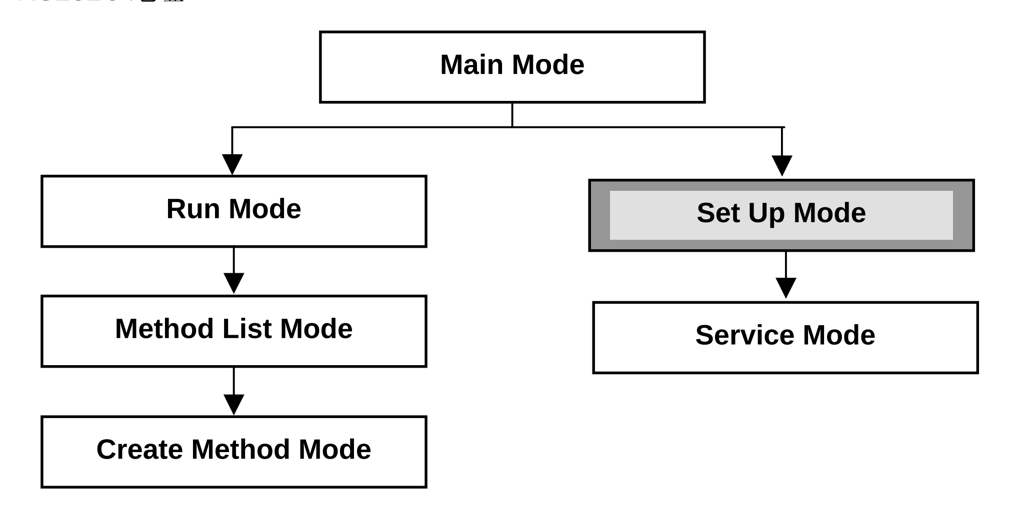
使用“INSERT”键插入事件必须按时序（连续的）排列进行。软件无法校正不正确的时序事件输入。如果使用者试图输入一个不按顺序的事件，软件警告方法无效。A line

按“ESCAPE”键将从“CREATE METHOD”模式中退出。

4．4．5．设置模式

在“MAIN”屏幕菜单中按下“SET UP”键进入“SET UP”模式。该模式允许使用者设定全部仪器参数，例如：

- 期望单位（公制或英制）
- 基线补偿值
- 日程（当前日期）
- 内部时钟（当前时间）
- RS232C 地址



SET UP

OFFSET 5 | DATE 03MAR03

MAIN POWER 115 | TIME 12:32

LAMP (H) 152 | RS232 AD 28

PRESSURE UNIT PSI

SERVICE

参数设置：

参数	允许值	内容
补偿（OFFSET）	5% ~ 100% of FS	每次 5%
主电源（MAIN POWER）	115V ~ 230V	仅用内部加热控制(选择最接近 AC 电源的电压值)
		计算新灯安装时间
灯（LAMP）	内部计数器(clock)	压力单位
压力（PRESSURE）	PSI - MPa - Bar	日期/月份/年： 小时/分钟
日期时间（DATE–TIME）	当前日期 / 时间	Not needed for most applications
RS232 地址	RS232C Address	

在“SET UP”模式中，按“ENTER”键在可调参数间转换。
当前所选参数项会被加亮
参数的输入或修正，可以直接输入数值或使用“SCROLL UP and DOWN”键输入。
改变一个数值后，按下“ENTER”键新值将被存储，并且加亮的指针将移动到列表中下一个编辑项上。
按 “ESCAPE” 键，从“SET UP” 模式退到 “MAIN” 模式界面。



如果修改了一个参数值后没有按下“ENTER”键，那么先前的值仍将被仪器使用。

4．4．6．预检模式（SERVICE mode）

“SERVICE”模式只能由受过训练的维护技师来使用，它有密码保护。访问“SERVICE”模式均被微处理器所监控和记录。未经允许使用“SERVICE”模式可能改变仪器的标准，这不在仪器担保之内。

4．5．状态信息

主要的仪器操作参数（状态）将显示在“RUN”模式中，这有利于使用者在测量期间可以监控仪

器性能，并确保维持最佳工作条件。

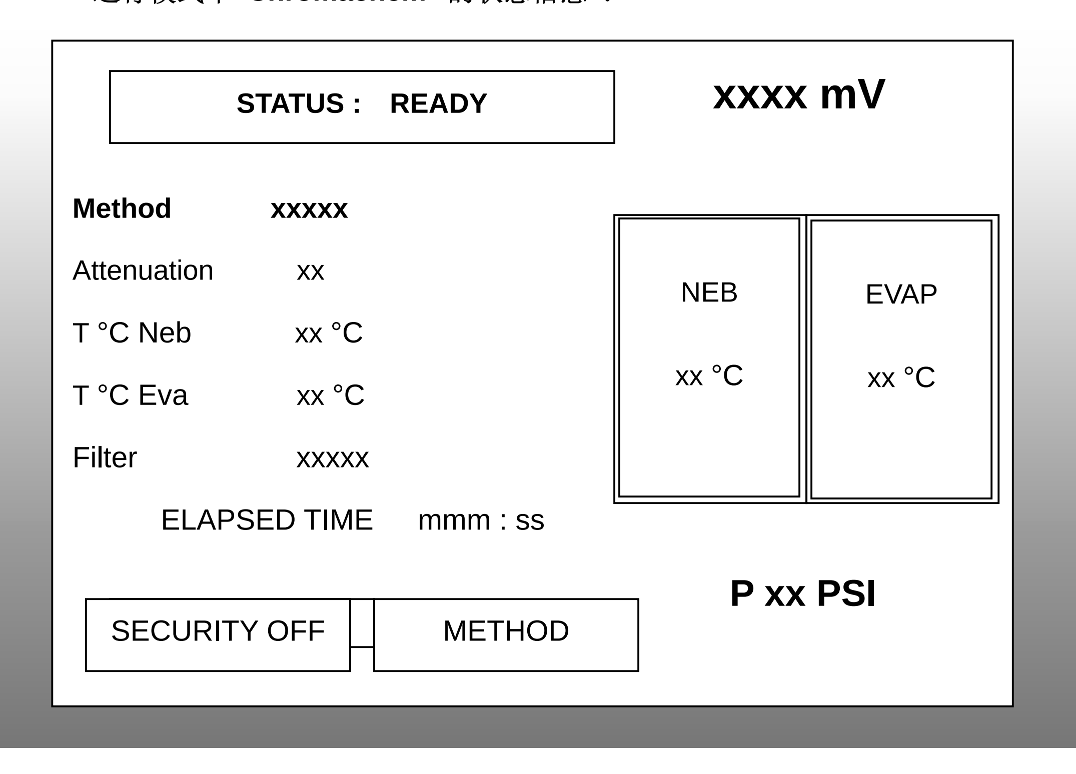
只有仪器显示屏上显示“READY”时，你才能运行方法、测量样品。

仪器最初进入运行（操作）模式时或者调整参数值（特别是温度值）后，仪器需要几分钟去达到稳定值。在此期间，屏幕上的显示“NO READY”。

在正常的操作中可能出现错误情况。如果出现会显示在显示屏上。（参阅第 4.5.2 节至第 4.5.4 节）。

状态信息也与仪器后面板的接点闭合连接器相连，如果主要参数不在最佳的操作范围内，那么可以中断测量。这样使用者可以节省分析样品、流动相和气体。

运行模式中 Chromachem®的状态信息 ：



4．5．1．“Ready” / “Not Ready” 状态

仪器处于“RUN”模式，显示屏会显示“READY”或”““NOT READY”状态信息。下列情况指示器显示“READY”:

o T_{Neb} 和 T_{Evap} 值处于它们的设定点。

o 气压值在 0.5 至 3.9 bars 之间。

当条件未满足时，指示器显示“NOT READY”，或者当：

o T_{Neb} 和 T_{Evap} 值偏离设置点超过+/-2°C 并且维持时间超过 30 分钟时，也会显示“NOT READY”。

当仪器打开或使用者修改温度设置点时，有几分钟仪器显示“NOT READY”是正常的。



“READY”状态显示之前，手动或远程控制都不能运行方法。

“AUX．EADY”接点闭合连接关闭时，仪器显示“NO READY”；它们开启时，“READY”状态才会显示。使用 READY / NOT READY 状态开启或终止测量。

4．5．2．“Ext Gas Fail” 状态

如果气压在 0.5 巴以下或 3.9 巴以上(比正常操作的气压限制更低或更高)，将显示“Ext Gas Fail”状态信息。

“EXT GAS FAIL”状态信息出现后，仪器进行如下操作：

o 气阀自动关闭。

o “AUX．READY”连接器的管脚产生接点闭合。

o 标识为“GV OPEN”的键显示在显示屏上

为了让发生故障的仪器重新开始工作，使用者应该：

o 给仪器恢复外部气压。[如果当前的气罐是空的，更换一个新的。]

o 在仪器上按“GV OPEN”软键。[打开仪器内部气体阀。]

o 等待，直到状态指示显示“READY”

o 重新运行你的方法。

4．5．3．“T_{Neb}” / “ T_{Evap} Fail” 状态

在正常操作期间，只要显示“T_{Neb} FAIL” 或 “T_{Evap} FAIL”状态信息，就表明两个温度中的某一个偏离其设定温度超过 ±2°C 的时间已经大于 30 分钟。

“T_{Neb} FAIL”或 “T_{Evap} FAIL”状态信息出现后，仪器将进行如下操作：

o 气体阀自动关闭。

o 接点闭合通过“AUX．READY”连接器管脚引出

4．5．4．**“Ext Device Fail”状态**

仪器通过“EXT．PUMP FAIL”连接器管脚检测到一个接点闭合（例如从泵显示压力不足）。将显示“EXT DEVICE FAIL”状态信息。

在“EXT．PUMP FAIL” 连接器管脚上发现接点闭合时，下列动作发生：

o 气体阀自动关闭。

o 喷雾和蒸发加热器被关闭。

o “AUX． READY”连接器的管脚产生接点闭合

4．6．手动模式操作

对于大多数标准测量，仪器可用手动模式操作，不要求使用者创建和选择方法。用手动模式操作仪器，请按下“OPERATE”软键进入运行模式。

在“RUN”模式中，按 “ENTER”键可以在参数间转换：

o 当前选中参数（见上述列表）在屏幕上被加亮。

o 参数的输入或修正，可以直接输入数值或使用“SCROLL UP and DOWN”键输入。

o 输入后，按“ENTER”键将存储新值，加亮指针移到下一个修改项。

o 修改好后，等待状态显示屏显示“READY”；然后开始测量。

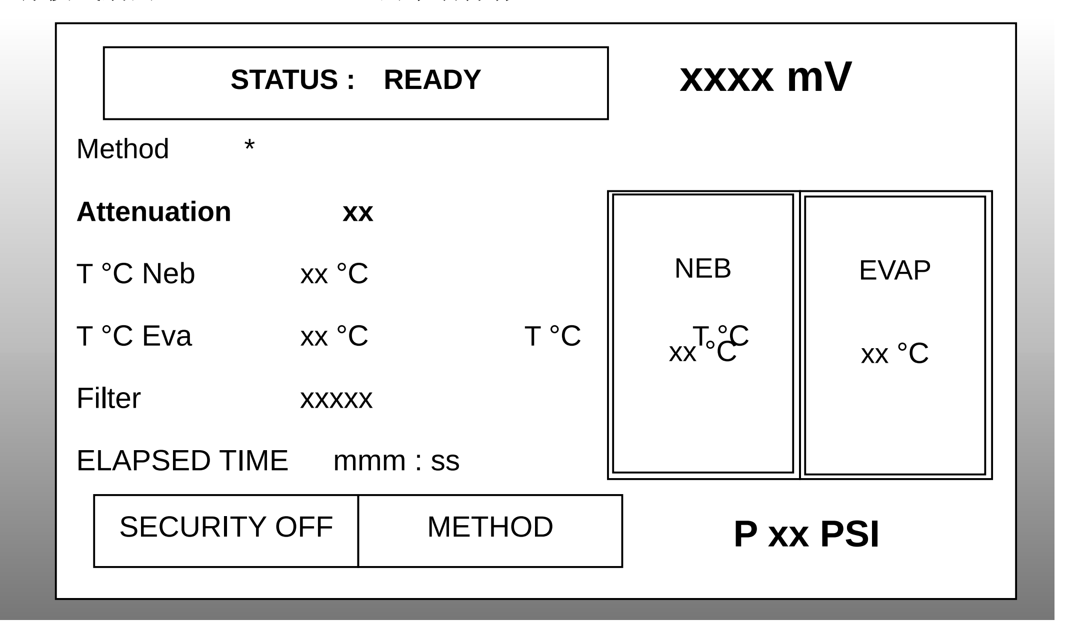


手动“**RUN**”模式时，星号“ *”作为选择方法显示在屏幕上。（见下面）

手动模式调节参数值如下所示：

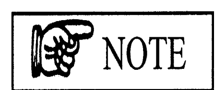
- o Attenuation (1 ~ 9),
- o "T_{Neb}" Set Point (20°C ~ 70°C),
- o "T_{Evap}" Set Point (20°C ~ 150°C),
- o Filter (Low, Medium or High)。

在运行模式期间 **Chromachem®** 的手动操作 ：





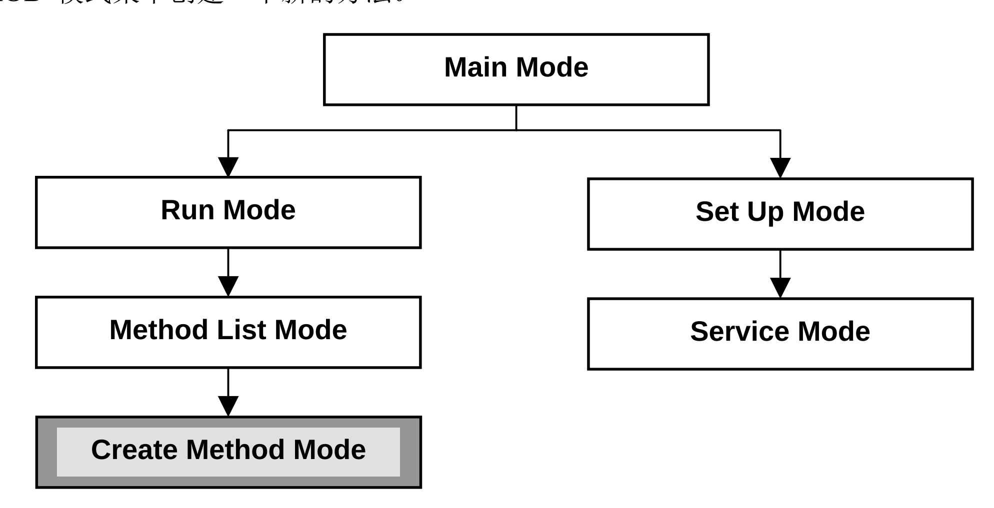
改变温度设置后，仪器状态指示从“**NOT READY**”改变到“**READY**”可能需要大约 **10** 分钟（根据被请求改变的量级而定）。在开始测量前为避免不稳定的响应或仪器的基线不稳定，一定要等到“**READY**”状态显示出现。



如果你在修改一个参数值后没有按下“**ENTER**”键，那么原有的数值仍将被仪器继续使用。

4．7．方法运行和方法设置

从“METHOD LIST”模式菜单（可用方法菜单）中选择现有的方法，或者应用“CREATE METHOD”模式菜单创建一个新的方法。



4．7．1．方法设置

方法设置：

- o 进入“RUN”模式并使用当前“ACTIVE”方法，或：
- o 进入“METHOD LIST”模式菜单，选择一个已用的（先前创建的）方法，使其成为当前“ACTIVE”方法，然后返回“RUN”模式使用该新选中的方法，或：
- o 进入“METHOD LIST”模式菜单，选择一个未用的（可用的）方法，创建一个新的方法，使其成为新的当前“ACTIVE”方法，然后返回“RUN”模式使用该新选中的方法，或：
- o 进入“RUN”模式，设置仪器参数的期望值，然后用手动模式使用仪器。

4．7．2．运行方法

运行一个方法，选择“RUN”模式：

- o 通过使用“ENTER”键移动到“Method Field”（见上面），直到它被突出。通过使用“SCROLL UP”或“SCROLL DOWN”键，选择适当的方法号，然后再按下“ENTER”键，确认选项并移动到下一区域。

方法被选中，并且参数（T_{Neb} 和 T_{Evap}）处于可调状态。

此时会显示“NOT READY”，方法不能被激活。直到 T_{Neb} 和 T_{Evap} 的数值达到设置值的 +/-2°C 范围之内为止，才会显示“READY”。

当“READY”状态显示时，按“RUN”键运行方法；也可在自动采样器上由“AUX．RUN”接点闭合运行。

在任意时间，按下键区上的“STOP”键方法将停止运行。

4．8．RS232C 远程控制

4．8．1．原理

Chromachem®能够由一个外部的个人电脑或与仪器后面板 RS232C 连接器相连的数据站控制。RS232C 连接器是一个微型（Sub D）9 针连接器。附件包(PN： 70-1743)中提供了一个 1.5 米长的电线，用连接 Chromachem®和电脑的设备。

4．8．2．RS232C 参数

在仪器上，RS232C 通信参数的情况如下：

- o 19,200 Bauds。
- o 8 Data Bits。
- o 1 Stop Bit。
- o No Parity。

当 RS232C 的电线被连接时，仪器自动进入远程控制，并且仪器的键区失效。回到键区直接控制仪器模式，你必须将 RS232C 电线从仪器背后移除。

关于 RS232C 操作的更多信息，请联系当地发行商或 ESA 公司。

5. 启动仪器

这部分主要讲仪器的安装、连接、开启和设置，包括如何选择并设置衰减参数值、T_{Neb} 、T_{Evap}、过滤器和气压。

5．1．一般程序

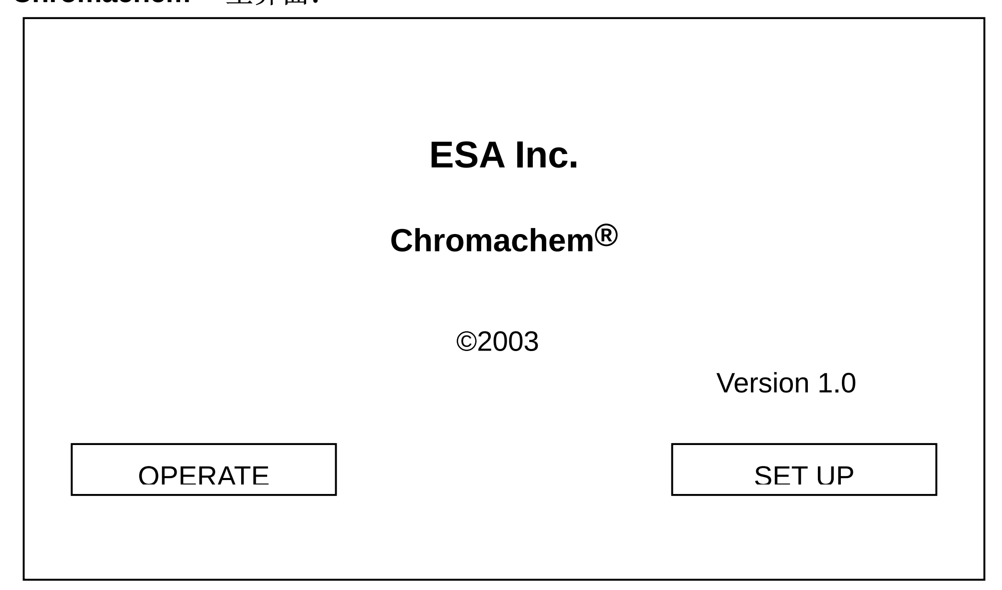
如果你是第一次安装这种仪器，那么在开启前必须检查所有连接是否准确，必须清楚如何使用仪器。下面的检查列表将告诉我们应做哪些准备：

- o 认真阅读手册中的“警告和安全提示”。
- o 认真阅读手册中“实验室中设置检测器”部分，参考 3．0 部分。
- o 检查“主要电源连接”，参考 3．4．2 部分。
- o 检查“检查/更换保险丝”，参考 3．4．4 部分。
- o 连接 Chromachem® 气体供应，参考 3．5“气体连接” 部分。
- o 连接气体出口，参考 3．5．3 “气体出口连接”部分。
- o 连接溢出导管接口，参考 3．6“分流连接”部分。
- o 连接高性能液体色谱柱，参考 3．7“色谱柱连接” 部分。
- o 连接洗提液过滤器到 Chromachem®（附件包中）。
- o 连接模拟信号输出，参考 3．8“记录-积分模拟输出连接”部分

完成以上选项后，继续：

- o 打开 Chromachem® 仪器，使用仪器后面板的 MAIN AC Power 开关。
- o 仪器经过短暂的自检后，液晶显示屏会打开进入如下主界面。

Chromachem® 主界面：



NOTE 第一次使用此仪器需要设置一般参数（见 **4**。**4**。**5** 部分 « 设置模块。）

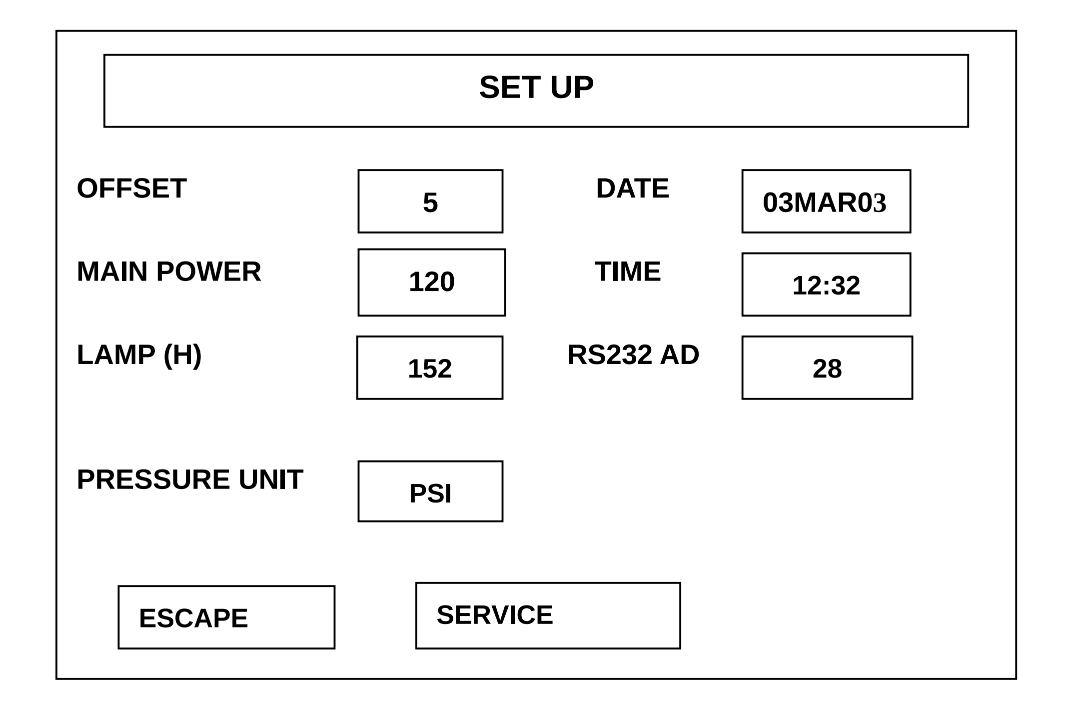
按“SET UP”（设置）键将进入设置模式。更详细的参数设置见 4.0 “OPERATING THE Chromachem® ELSD DETECTOR”（使用 Chromachem® ELSD 检测器）部分。



第一次使用此仪器必须在设置模式中设置正确的电源电压，否则温控电路可能无法正常运行。

进入“SET UP”模式，输入一般配置数据：

- o 日期（Date）。
- o 时间（Time）。
- o 电源交流电压（Main AC Power Voltage）。
- o 自选压力单位（Preferred Pressure units）。



- o 输入合适的参数值后，选择“ESCAPE”健退出“SET UP”模式，回到“MAIN”主界面。
- o 选择 “OPERATE”健进入“RUN” 模式。

此时，仪器已经准备好在“MANUAL RUN”状态下运行[见 4．6 （设置手动操作）SETTING UP TO MANUAL OPERATION 部分]； 或者用户可以创建方法进入 “METHOD RUN” 模块 [见 4．7 METHOD RUN AND METHOD SET UP（方法运行和设置）部分]。

5．2．最优检测

这部分介绍如何操作 Chromachem 仪器，如何优化设置参数(attenuation，T_{Neb}，T_{Evap}，Gas Pressure) 以便获得更好的性能。

5．2．1．Attenuation Setting（衰减设置）

蒸发光散射检测器衰减范围是 1~9，共九档；9 是不衰减，1 是衰减为 1/256，其中每增加一个单位显示的峰高就在模拟信号基础上增加 2 倍。(1 → 1/256,2 → 1/128,…,9 → 1)。



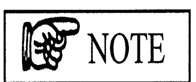
如果数据是数字信号并通过 **RC232C** 串口传递数据，衰减和过滤设置无效。其信号可以允许电脑进行处理。

5．2．2 T_{Neb}．设置

T_{Neb} 温度是高温度和低温度的折衷，高温度能产生恒定可重复雾化结果，低温度能尽量减少基线噪音。

通常由下面方法确定 T_{Neb} 温度：

- 首先确定合适的 T_{Evap} 温度(见 5.2.3 T_{Evap} 设置部分),
- 把 T_{Neb} 设为 30°C ， 检查基线噪音结果,
- 逐步增加 T_{Neb} 每次增加 5°C，直到出现允许基线噪音水平。



建议 T_{Neb} 温度设置应比 T_{Evap} 温度设置至少低 10 °C ，这样可以避免出现不稳定的峰刺。T_{Neb} 最大温度为 70°C。

5．2．3 T_{Evap}．设置

蒸发光散射检测器工作时，尤其运行的是挥发性的溶剂，仪器必须保持仪器最低的 T_{Evap} 温度，如果温度过高，溶剂可能完全挥发掉或者被破坏了，这样就变成不可检测了。另外，温度过低溶剂可能无法充分气化，测试结果会是基线噪音。

选择合适的 T_{Evap} 温度也是高温度和低温度的折衷，高温度完全使 HPLC 溶剂气化，低温度不会使分析物挥发或不破坏热敏感的分析物。

通常采用下列方法确定 T_{Evap} 温度：

- 如果你使用不含水的氰化甲烷、甲醇、丙酮、氯仿、四氢呋喃或苯（或者是这些物质的混合物）。把初始 T_{Evap} 温度设在 40°C。
- 如果使用的是水或者含水的上面一种或多种混合物（即使水很少），把初始 T_{Evap} 温度设在 45°C。
- 然后使用衰减（attenuation）=5 运行此溶剂并记录基线，如果基线高于 1 mV, 增加 T_{Evap} 温度，每次增加 5°C 直到基线噪音低于 1 m (最大处)。
- T_{Evap} 温度应该很接近上面所列出的温度，如果不是应该检查溶剂和气体的质量，或者检查用在流动相化合物中的溶剂改性剂（见 8 "Practical Recommendations Affecting ELSD"部分）。漏失稳态相会引起基线噪音。
- 对于其他高沸点的溶剂，T_{Evap} 温度设为 80°C；使用衰减（attenuation）=5 运行此溶剂并记录基线，如果基线高于 1 mV，增加 T_{Evap} 温度，每次增加 5°C 直到基线噪音低于 1 m (最大处)。

5．2．3．Gas Operation Pressure （操作气压）设置

根据雾化器说明书，正常操作气压可在 0.6~2.0 bars 之间（大约 9~28 psi），可调范围内的稳定气压是雾化器中形成均衡微滴的基本要素。这对于获得灵敏的和可重复的 ELSD 测量至关重要。



注意：实验数据表明，操作气压大约在 1.8 bars (26 psi)时，可以获得最好的结果。

6 关闭程序

6．1．概述

为了保持雾化器自身性能和避免高额的维修费用（避免雾化器堵塞），有必要在关闭仪器前清除喷雾器内的所有液体和冷凝物。



关闭仪器之前，通常关闭检测器程序。否则，留下的化合物可能结晶并破坏雾化器。

注意当关闭气阀或移走气源，如果继续允许流动相输入到仪器，将在仪器内产生液体积累。因为液体不会被雾化。仪器内会不断积累液体直到泵停止，这些液体最终将通过虹吸管出口排出仪器。只要这些液体是没有改性剂的纯流动相，他们就能排出并不会破坏仪器。不管怎样，在关闭气体供应之前关闭 HPLC 气泵是一个很好的习惯。



测量时，让仪器处于 RUN 模式是一个好习惯。因为气泵处于活跃状态气阀打开后所有流动相将被气泵雾化。相反不测量时，要关闭气泵，这样可以保存气体和流动相。



如果在流动相中使用改性剂，通常在某些情况(具体情况见 8．5 溶剂改性剂部分)或仪器可能损坏的情况下，需要在完成测试后清洗仪器。

6．2．检测器关闭程序

关闭仪器做以下处理：

- 如果改性剂用在初始流动相中，在完成测量后关闭电源前要用甲醇/水（50/50）以 1ml/min 的流速冲洗 Chromachem®至少 15 分钟。没有使用改性剂继续下一步。
- 关闭 HPLC 气泵。
- 保持仪器中气流、T_{Neb} 和 T_{Evap} 至少 5 分钟，这样是为了完全从气化室和检测室中排出残留的流动相。



仪器必须设置在 RUN 模式，这样在关闭程序时保证持续的气体流过雾化器和检测器。

- 在“RUN”模式下选择“ESCAPE” 键关闭气阀，如果你创建了一个 “SHUT DOWN METHOD”，在 “METHOD” 模式下运行它会自动关闭气阀。
- 关闭检测器。



如果气阀关闭事件包含在一个方法中，在关闭前必须让纯流动相流过仪器。如果含改性剂的流动相通过仪器时关闭气阀，可能损坏雾化器，所引起的后果不在担保范围之内。

雾化器堵塞常见原因是由于不正确的关闭顺序。



错误的电源关闭顺序不在仪器担保之内。

7．检测器响应和定量分析

以下摘自 "*蒸发光散射检测器*" - *LC and SFC 非挥发通用仪器。*

L**C-GC International - March 96**，M．Dreux， M．Lafosse，and L．Morin-Allory。

响应是随着散射范围的变化而变化，我们假设样品的范围很大，测得的峰面积与样品的质量有如下关系：

$A = am^b$ (1)

a、b 是相关系数，它们与液滴大小、溶质浓度、溶质自然特性和蒸发温度等有关。等式 1 反映出 A 和 m 是非线性关系；等式 1 取对数得到等式 2，等式 2 中 log A 和 log m 是线性关系：

$\log A = b \log m + \log a$ (2)

等式 1 中，如果 b=1，a=el(A=am=elm=elc)表示紫外线检测器的响应（比尔法则），其中 e 为摩尔吸收率，l 为 cell 的长度；等式 2 中，若 b=1fits 表示为 RID 和 ELSD 检测器的响应。

文献中 b 的值在 0.9~1.8 之间，这和理论上从光散射范围计算出的 0.66!~2.0 时一致的。

在 ELSD 检测器中，b 的低值是针对含水或水有机物洗提剂，高值是针对不含水的洗提剂（标准相的色谱分析）。

8．影响 ELSD 的实用建议

8．1．总则

从检测原理上讲，下列考虑因素会影响 ELSD 的灵敏性；检测器的灵敏度通常用所给灵敏范围的信噪比(S/N)表示，因此，当有低量子化限制时减少噪音水平是很重要的。

8．2．气体质量

当易燃的溶剂工作时，从安全来讲，氮是首选。不需要高纯度时，利用普通氮控制室就可以满足需要。然而，输入 ELSD 前，我们推荐用亚微粒过滤器过滤气源输出的气体 (见 3．5．1 节)。

8．3．溶剂质量

ELSD 溶剂要求没有必要完全符合 HPLC-等级溶剂；紫外吸收分离点是 HPLC-等级溶剂最重要的标准，ELSD 使用紫外吸收溶剂，如氯仿或丙酮。汽化留数（RAE）或微粒含量是溶剂重要的参数，因为这些杂质主要产生背景噪音。同时也要格外注意使溶剂稳定的非挥发性添加剂。汽化留数 RAE <1 ppm 的溶剂对 ELSD 应用是理想的。溶剂可能被亚微粒过滤器（通常为~0.2µm）过滤器过滤，但注意避免来自过滤器自身的污染，因为常常观测到来自过滤器的有效微粒残留。



改变流速时检查检测器输出基线可以评估溶剂质量。好的溶剂：当流速减少 50%时，基线不会有明显的改变。

8．4．色谱柱的影响

众所周知，由不同制造商用相同类型装配的色谱柱和稳态相，可能在相同溶剂条件下表现出不同的水解不稳定性。该不稳定性可由流出物中的非挥发性亚微粒来证明；这些产生噪音的微粒能被 ELSD 检测到。氨基硅和二元溶剂（氰化甲烷-水）含水量大于 10%。用甲醇替代水的三元流动相由于能限制水解现象，它可改善信噪比。通过和没有安装色谱柱进行可以测定色谱柱对基线噪音的影响。

8．5．溶剂改性剂

改性剂常用来调节溶剂的 pH 值或离子浓度。尽管其附带的金属阳离子不能为 ELSD 所用，但它不会对挥发性酸、碱、盐的使用和性能产生大的影响。

常用改性剂：

- **酸：** 蚁酸、醋酸、三氟醋酸和硝酸
- **碱：** 三乙胺、氨和嘧啶
- **盐：** 氨盐基重碳酸盐和上述提及的酸或碱的盐,硝酸盐例外。

所有的添加物都会增加基线噪音,其影响由添加物本身及其浓度大小而定。

上述因素的影响应持续且周期性地测定，否则基线可能随时发生恶化。这些影响能在检测器毫伏示值器中获得或者通过适当记录装置绘制出的输出信号中获得。

8．6．T_{Neb} 效果

如第 5．2．2 节 ("TNeb" 设定) 所提到，在某些特定情况下必需使用比周围雾化器更高温度设定。这些包括梯度情况在洗提液中粘性变化巨大(异丙醇、己烷等)，快速的梯度,或观察到的

基线不稳定的情况。在大多数其他情况下，尤其对热敏感的化合物，不建议加热雾化器。


：需要加热时，通常喷雾器温度设定在 30°C 和 35°C 之间是最佳的。

8．7．T_{Evap} 效果

如第 5．2．3 节 ("T_{Evap}" 设定) 所提到，要想获得理想的结果，蒸发温度设定非常重要。选择的蒸发温度应该足够高允许完全的溶剂蒸发但也要尽可能低以避免化合物的热量退化或局部蒸发。

为了确定最好的蒸发温度,常用的 HPLC 溶剂被区分为三个种类：

- 如果使用的有机溶剂（沸点< 80°C）例如 氰代甲烷，甲醇，丙酮，哥罗仿，四氢呋喃(THF)或苯 (或这些溶剂的混合物) 无水,最佳的蒸发温度一般设置在 **40°C** 左右。
- 如果使用水或水与述列出的一种或多种的混合物(即使水很少)，然后最适宜的蒸发温度一般设置在 **45°C** 左右。
- 对于沸点更高的有机溶剂，最适宜的蒸发温度是不同的。我们可以通过以下获得：设置温度从 **80°C**, 然后每次增加 5 °C 直到测得基线噪音小于 1 mVolt P-P 。

摘录从 "蒸发光散射检测器"- 在 LC 和 SFC 非挥发性溶质的通用仪。
LC- GC 国际性组织 – 96 年三月，M．Dreux ，M．Lafosse 和 L．Morin-Allory。

9．清洁

9．1．外部清洁

Chromachem® 不需要仔细清洁，但是至少看上去是干净的。清洁时用沾有肥皂水或非腐蚀性清洁产品（如门窗清洁产品）的软纸或软毛巾擦试。

9．2．内部清洁

用户不要清洁内部。

9．3．保持流通渠道干净整洁

只要遵循仪器开关程序（见 6“关闭程序”部分），仪器会按照自身设计进行内部流通渠道清洁。

9．3．1．雾化器清洁

必须保持雾化器的清洁，这样才能使流动相有好的雾化效果。一段时间后，由于内部结晶或颗粒的影响雾化器可能会被部分或全部堵塞。只要在关闭仪器电源前按照正确的仪器关闭程序进行（见 6“关闭程序”部分）。

其他造成雾化器堵塞的原因是在 HPLC 液体中或者输入气体中含有污染物。我们在液体和气体通道设置过滤器可以消除污染物（见 3．7“色谱柱连接”部分）。一旦雾化器被晶体堵塞就很难恢复其使用效果，除非更换昂贵的部件。

如果由于不正确的仪器安装或使用造成必须更换雾化器，这不在保证书担保范围内。

由于内部污染物造成雾化器部分堵塞或产生多余的基线噪音，常常一次或多次按照 6．1 部分的关闭程序部分进行清洗。如果经过几次清洗之后，雾化器一直堵塞，打电话寻求帮助。

9．3．2．蒸发室清洁

这部分不需要用户来做，如果需要维护必须由经认可的技术服务工程师完成。

9．3．3．检测室清洁

这部分也不需要用户来做，如果需要维护必须由经认可的技术服务工程师完成。

10. 故障诊断

为保证很好的分离和检测，必须时刻小心。检验问题可能是由于化学药品的变化（例如在流动相中由于大意造成的改变）、错误的检测器（例如操作参数的改变）或者系统其它部分的变化（例如有缺陷的色谱柱）。

发现问题后，系统自检会确定原因所在。下面的一些诊断将帮助我们查明和校正这些错误。

打开检测器后显示"blank"	检查电源线是否连接到了插座上 检查仪器电源线上的交流电压是否正确 检查保险丝是否损坏（3．4．4 部分)。如果已经损坏只能更换同一参数的保险丝 如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门
检测器闭合后灯管不亮	检查电源线是否连接到了插座上 检查仪器电源线上的交流电压是否正确 检查保险丝是否损坏（3．4．4 部分)。如果已经损坏只能更换同一参数的保险丝 更换灯管(见 12．2 部分)。 如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门
基线或噪音不稳定	首先仔细阅读 第 8 章, "影响 ELSD 的实用建议" 检验指示器状态 READY。 检查记录仪器的最大量程，满程必须是 1 伏(衰减)。
基线或噪音不稳定（连续）	检查气体质量（8．2 部分), 气阀要打开，气压在 1.5 ~ 3.9 bars 之间 (见 5．2．4 和 8．2 部分)。 检查溶剂质量(见 8. 3 部分) ，是否使用溶剂改性剂 (见 8. 5 部分)。 检查 HPLC 色谱柱没有引起噪音 (见 8．4 部分)。 检查 T_{Evap} 要足够高(见 5．2．3 和 8．7 部分)。 检查洗提液是否需要更高的 T_{Neb} (见 5．2．2 和 8．6 部分)。 保证气体排出为非真空，不受限。 保证溢出管道流畅 按照 9．3 部分做雾化器清洁 如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门
无输出信号或低灵敏度	核实灯处于开启状态 确定检查记录积分器得满刻度是 1 伏 (衰减) 确定所选衰减程度适合注入的样品浓度或数量 核实指示器状态 READY。 核实气体供应连接正确没有漏气；气压合适(见 5．2．4 部分)。 检查气压调节是否和仪器说明书上一致(见 3．5．1)。 确保气阀打开 确保 T_{Evap} 值不要太高 (见 5．2．3 和 8．7 部分)。 确保 T_{Neb} 值不要太高(见 5．2．2 和 8．6 部分)。

如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门

输出信号饱和	检查气体质量(见 8．2 部分)。 检查溶剂质量(见 8．3 部分) ，是否使用溶剂改性剂 (见 8．5 部分) 检查 HPLC 色谱柱没有引起噪音 (见 8．4 部分)。 确保 T_{Evap} 值不要太高 (见 5．2．3 和 8．7 部分)。 确保 T_{Neb} 值不要太高(见 5．2．2 和 8．6 部分)。 如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门
键盘不能正常工作	确保 RS232 连接器后面没有连接器 确保键盘保护(安全特性)未起作用 (见 11 部分)。 确保输入 auto zero 零点（如果合适）是继电器电势。 关闭仪器,再打开 如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门
T_{Neb} T_{Evap} *不增加*	确定设置了一个正确的温度值(见 4．6 部分)。 确保“SET UP”模式设置了正确的交流电压 如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门
T_{Neb} T_{Evap} *比程序值高*	关闭仪器,再打开 如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门
没有气压	确保仪器的气体供应连接正确(见 3．5 部分) 确保供应气压至少是仪器要求的最小值(见 3．5 部分) 确保气阀打开 如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门
仪器电力抖动	更换灯 (见 12．2 部分)。 如果问题依然存在，联系 ESA 服务部门

11．键区口令保护

仪器工作设置好后，操作者可以锁住键区，以防仪器在无人看管的操作中被人打断。



该保护仅当仪器处于“RUN”模式下时使用。

“RUN”模式中为了锁住键区，你应当：

- 按“SEC ON”键。
- 当屏幕提出请求时，输入四位安全密码（口令）。

NOTE

该安全码总是 1234，且不可变。

- 屏幕键改变为 “SEC OFF” 后，表示“Security”模式被激活。

如果退出安全保护，应当：

- 选择“SEC OFF”键。
- 当屏幕提出请求时，输入四位安全密码（口令）。
- 屏幕键变为 “SEC ON” ，表示“Security”模式被关闭。



如果你忘记了安全密码，那么你可以通过关闭仪器电源，当再次启动时仪器将恢复密码为“SECURITY OFF”模式。

12. 日常维护

Chromachem®蒸发光散射器不需要专门人员去维护



排出仪器中的腐蚀性溶剂或包含改性剂的溶剂，否则将堵塞雾化器或降低仪器的性能。

为保证 Chromachem® ELSD 的最佳性能，适当地维护雾化系统是很重要的。

12. 1. 雾化器维护



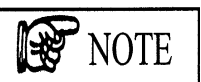
不要拆除雾化器，雾化器连接需要专门的工具并且只能被专门受训的 **ESA** 公司的工程师操作，尝试打开雾化器将使你的保证无效，并可能损害这个部件和危害它的性能。

下列维护工作在正常使用期间至少每月完成一次，如果发现基线噪音变大则要多做几次。

- o 直接把 HPLC 泵连接到检测器(不用 column)。
- o 设置 T_{Evap} 为 110 °C 和 T_{Neb} 为 70 °C。
- o 设置气压为 2 bars (29 PSI)。
- o 直到"准备"状态出现。
- o 流速设为 1 ml/min，用丙酮冲洗检测器 30 分钟。
- o 流速设为 1 ml/min，用甲醇冲洗检测器 30 分钟。
- o 流速设为 1 ml/min，用水冲洗检测器 30 分钟。



所有步骤完成后，此程序可使仪器处于初始操作水平。



如果雾化器因为没有在适当时间间隔内完成维护或其他原因被闭塞。首先应该尝试用此程序去补救，某些情况下可以疏通雾化器。

12. 2. 更换灯泡



警告： 打开外盖或灯光通道门（仪器后面）的情况下，千万不要操作仪器，因为在检测器由几个区域存在高电压，可能会引起身体伤害。

灯泡（部件编号 70-5872）是特别设计用来优化仪器信噪比的。



更换灯泡时使用制定的部件，使用其他部件可能损害仪器或降低性能。使用其他的部件将不在仪器保证之内。

更换灯，按以下步骤进行：

- o 关闭仪器并让它冷却 5 分钟。
- o 拔去位于仪器后面板插座上的交流电源线。

o 摘掉仪器后面板上的两个灯通道门螺丝（见图 5），小心移走通道门。

WARNING 确信灯泡完全冷却，否则可能导致烧伤。

o 用一块干净的软麻布或滤纸，握住球泡小心的从连接器里取出来。



不要用手指接触灯泡，手指上的油可能引起灯泡的过早损坏，取灯时要用一些滤纸或干净的棉花布。

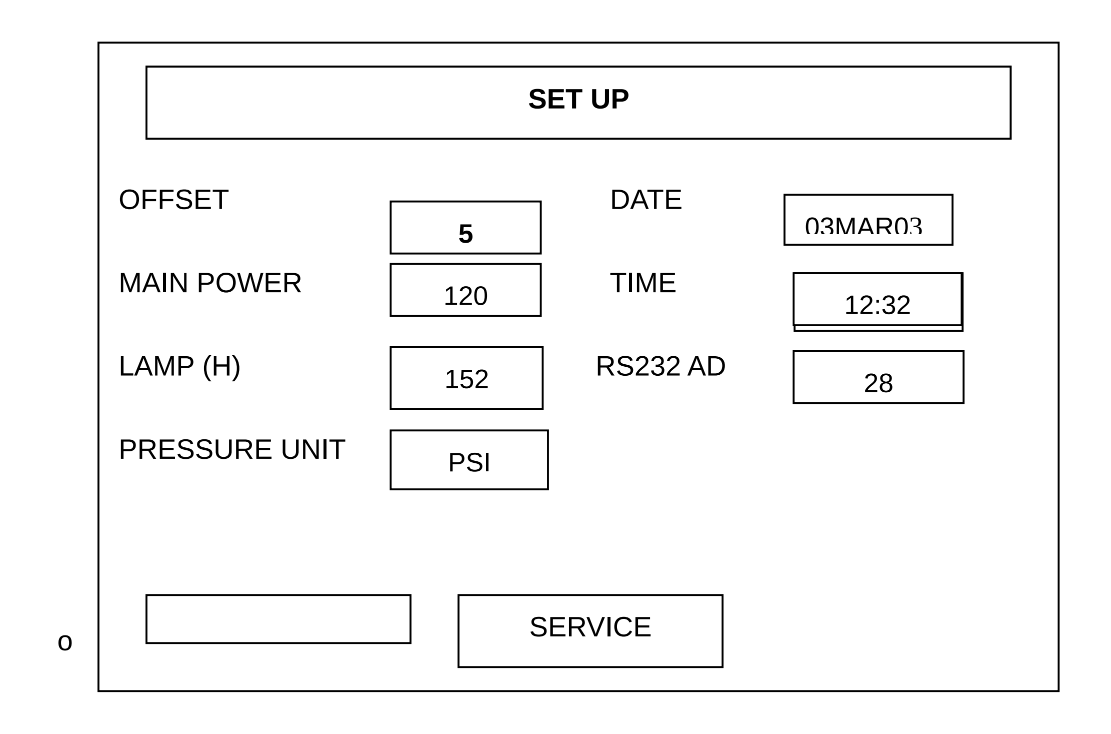
o 用干净的软麻布抓住球泡来安装新灯，把两个插脚嵌入连接器，确保灯丝大约在中间，与光学室（黑管）的入口孔一致。
o 更换用两个螺丝固定在后面板的灯通道门（见图 5）。
o 把交流线插到仪器的后面板。
o 打开仪器。



光源产生高亮度的辐射和紫外光。在有紫外光的情况下会对人眼和皮肤产生危害。不要让眼睛暴露在强光束下。

换完灯泡后，应重新设置 “SET UP” 模式下的灯泡定时器：
o 使用“ENTER” 键选择 “LAMP” 区域，选中后被加亮。然后使用其中一个“ARROW” 键，将显示如下：

o



12．3．预检模式

仪器包括一个预检软件模式来维护和维修。此模式可从“安装”模式中得到。这个预检模式仅被授权的维修人员使用。要更多信息，请联系当地代理商或 ESA 仪器服务部。

代理商：

大连依利特分析仪器有限公司

地址：大连市西岗区中山路 161 号

邮编：116011

电话：(0411)83641666（总机）

83635253, 83635139（销售部）

83641666-301（技术服务）

传真：(0411)83644564

http://www.eliteHPLC.com

E-mail: info@eliteHPLC.com

©DEAIC@Nov. 03, 2004-A/0